Etude du comportement mécanique et des évolutions microstructurales de l'acier austénitique Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP sous sollicitations complexes : approche expérimentale et modélisation

David Barbier

▶ **To cite this version:**

David Barbier. Etude du comportement mécanique et des évolutions microstructurales de l'acier austénitique Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP sous sollicitations complexes : approche expérimentale et modélisation. Autre. Université Paul Verlaine - Metz, 2009. Français. NNT : 2009METZ004S . tel-01752619

HAL Id: tel-01752619
https://hal.univ-lorraine.fr/tel-01752619

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

Ecole Doctorale **E**nergie **M**écanique **MA**tériaux

THESE

Présentée à

L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE DE METZ

Par

David BARBIER

Pour l'obtention du grade de :

Docteur de l'Université de Metz

***SPECIALITE* : Sciences des matériaux**
***OPTION* : Physique**

Etude du comportement mécanique et des évolutions microstructurales de l'acier austénitique Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP sous sollicitations complexes. Approche expérimentale et modélisation

Thèse soutenue le 6 mars 2009 à l'Université Paul Verlaine de Metz devant le jury composé de :

M. Samuel Forest	Directeur de recherche CNRS, Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, UMR CNRS 7633	Rapporteur
M. Pascal J. Jacques	FRS - FNRS Senior Research Associate, Université catholique de Louvain La Neuve, Unité d'Ingénierie des Matériaux et des Procédés	Rapporteur
Mme Anne-Françoise Gourgues-Lorenzon	Professeur, Centre des Matériaux, Ecole des Mines de Paris, UMR CNRS 7633	Examinatrice
Mme Véronique Favier	Maitre de conférences HDR, Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux UMR CNRS 8006, ENSAM Paris	Invitée
M. Alain Sébastien	Ingénieur de recherche, ArcelorMittal Research	Invité
M. Olivier Bouaziz	Ingénieur de recherche, ArcelorMittal Research	Invité
M. Mohammed Cherkaoui	Professeur, Georgia Institute of Technology UMI CNRS 2958	Co-directeur
M. Michel Humbert	Professeur, Université de Metz, LETAM UMR CNRS 7078	Co-directeur
Mme Nathalie Gey	Chargée de recherche CNRS, LETAM UMR CNRS 7078	Co-encadrante

Laboratoire d'**E**tude des **T**extures et **A**pplications aux **M**atériaux - CNRS UMR 7078
Laboratoire de **P**hysique et **M**écanique des **M**atériaux – CNRS UMR 7554
Ile du Saulcy 57045 METZ Cedex 01

SOMMAIRE

Introduction générale - Contexte et objectifs de la thèse 8

Chapitre 1 - Aspects métallurgiques des aciers à effet TWIP 13

1. Caractères particuliers des aciers Fe-Mn-C 15
   - 1.1. Les aciers austénitiques : influence du carbone et du manganèse 15
   - 1.2. Récents développements relatifs aux aciers Fe-Mn-C 17
   - 1.3. Propriétés mécaniques 18
   - 1.4. Analyse de la microstructure de maclage 21
2. Mécanismes de déformation des aciers Fe-Mn-C 23
   - 2.1. Glissement et dissociation des dislocations 23
   - 2.2. Maclage mécanique 24
     - *2.2.1. Aspects cristallographiques 24*
     - *2.2.2. Paramètres influençant le maclage 26*
3. Origines de l'écrouissage dans les aciers Fe-Mn-C 28
   - 3.1. Glissement des dislocations parfaites 28
   - 3.2. Mécanismes d'interaction dislocations / obstacles 29
     - *3.2.1. Effet du carbone en solution solide 29*
     - *3.2.2. Vieillissement dynamique 30*
     - *3.2.3. Maclage mécanique 32*
   - 3.3. Nature de l'écrouissage 34
4. Bilan de la situation 35
5. Références bibliographiques 35

Chapitre 2 - Méthodes expérimentales

43

INTRODUCTION 45

1. Essais mécaniques 46

1.1. Essai de traction 46

1.2. Essai de cisaillement simple et réversible 46

1.3. Essais de déformation avec changements de trajet 48

1.4. Description du comportement mécanique 51

1.4.1. Courbes contrainte / déformation 51

1.4.2. Calcul des contraintes et déformations équivalentes 52

1.4.3. Paramètre de changement de trajets et effet Bauschinger 55

2. Outils de caractérisation microstructurale 60

2.1. Mesure et analyse de la texture macroscopique 61

2.1.1. Acquisition de figures de pôles 61

2.1.2. Détermination de la fonction de distribution des orientations (FDO) 63

2.1.3. Orientations stables de déformation 64

2.1.4. Facteur d'orientation 66

2.2. Analyse de la microstructure 67

2.2.1. Préparation des échantillons 67

2.2.2. Cartographies d'orientations par E.B.S.D. 67

2.3. Analyse des microstructures par M.E.T. 69

3. Références bibliographiques 70

Chapitre 3 - Etude du comportement en traction - Influence des évolutions de microstructure / texture sur l'écrouissage

73

INTRODUCTION 75

1. Comportement en traction de l'acier TWIP Fe-22Mn-0.6C 76

   1.1. Caractéristiques du matériau à l'état initial 76

   1.2. Comportement en traction de la nuance à petits grains 76

   1.3. Influence de la texture initiale sur le comportement en traction 78

   1.4. Influence de la taille de grains sur le comportement en traction 79

2. Etude des évolutions microstructurales en traction DT 81

   2.1. Mise en place de la microstructure de maclage : stades d'écrouissage A et B 83

   2.2. Principales évolutions microstructurales lors des stades d'écrouissage C - D 88

   2.3. Microstructure de maclage lors du stade d'écrouissage E jusqu'à rupture 93

   2.4. Discussion : Influence des évolutions microstructurales sur l'écrouissage 94

3. Influence réciproque de la texture de déformation et du maclage 97

   3.1. Influence de la texture sur l'activation du maclage 97

   3.2. Contribution des orientations maclées à la texture macroscopique 99

   3.3. Proposition d'une méthode pour l'estimation de la fraction volumique de macles 100

4. Influence de la microstructure initiale sur la réponse en traction uni-axiale 103

   4.1. Influence de la direction de traction 103

      4.1.1. Evolutions de texture suivant la direction de traction 103

      4.1.2. Evolution de la microstructure de maclage 106

      4.1.3. Influence de la texture en traction DT/DL sur l'activité de maclage et sur l'écrouissage 108

   4.2. Influence de la taille de grain 111

4.2.1. Effet de la taille de grains sur les évolutions de texture *111*

4.2.2. Effet de la taille de grains sur les évolutions de microstructure *113*

4.2.3. Influence de la taille de grains sur l'écrouissage *115*

5. Conclusion 117

6. Références bibliographiques 119

Chapitre 4 - Etude des évolutions microstructurales lors de trajets complexes - Influence sur le comportement mécanique et analyse de l'effet Bauschinger 123

INTRODUCTION 125

1. Comportement en cisaillement monotone 126

1.1. Comportement mécanique 126

1.2. Evolution de la texture de cisaillement 129

1.3. Evolution de la microstructure 136

1.3.1. Microtextures durant les stades d'écrouissage A-B *136*

1.3.2. Microtextures durant les stades d'écrouissage C à E (rupture prématurée) *139*

1.4. Discussion 141

1.4.1. Analyse de l'évolution de texture en cisaillement monotone *141*

1.4.2. Analyse de l'activité de maclage en rapport avec l'évolution de texture *142*

1.4.3. Relation entre l'évolution de la microstructure en cisaillement et l'évolution de l'écrouissage normalisé *145*

2. Etude du comportement en cisaillement réversible 146

2.1. Présentation des essais mécaniques 146

2.2. Analyse de l'effet Bauschinger 150

2.3. Analyse de la nature de l'écrouissage 152

2.4. Evolution de texture et de microstructure en cisaillement réversible – influence sur l'évolution de l'écrouissage normalisé 157

2.4.1. Texture de déformation lors du trajet réversible *158*

2.4.2. Evolution de microstructure lors du trajet réversible *162*

2.4.3. Influence de la microstructure / texture de pré-déformation sur l'évolution microstructurale lors du trajet retour *165*

3. Changements de trajet 167

3.1. Les différentes séquences de chargement mises en œuvre 167

3.2. Traction large DT / traction uni-axiale DL (α = -0.5) 170

3.3. Expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL (α = +0.5) 173

3.4. Traction plane DT / cisaillement monotone DL (α = 0) 176

3.5. Influence de la pré-déformation sur le comportement en traction et en cisaillement 178

4. Conclusion 180

5. Références bibliographiques 182

Chapitre 5 - Etude des évolutions microstructurales lors de trajet complexes de déformation - Influence sur le comportement mécanique et l'effet Bauschinger 184

INTRODUCTION 186

1. Présentation générale du modèle 187

2. Modèle élasto-viscoplastique 188

3. Stratégie d'identification des paramètres et de validation du modèle 192

3.1 Procédure d'identification 192

3.2 Rappel des bases expérimentales 194

3.3 Validation des résultats 195

4. Ajustement du modèle en traction 196

4.1 Détermination des paramètres utilisés dans le modèle 196

4.2 Résultats en traction uni-axiale DL 198

4.2.1 Comportement mécanique et cinétique de maclage *198*

4.2.2 Evolution de texture *202*

5. Simulation des trajets monotones 205

5.1 Traction uni-axiale DT 205

5.2 Cisaillement monotone DL 208

6. Trajets complexes de déformation 212

6.1 Cisaillement réversible – simulation de l'effet Bauschinger 212

6.1.1 Analyse du comportement mécanique simulé 212

6.1.2 Analyse des évolutions microstructurales simulées 215

6.2 Changement de trajet orthogonal – traction plane / cisaillement 220

7. Perspectives et conclusions sur l'approche de modélisation développée 222

7.1 Formulation de l'écrouissage cinématique 222

7.2 Perspectives d'évolution de la modélisation 223

8. Conclusion 226

9. Références bibliographiques 227

Conclusion générales et perspectives

231

Annexe A - Combinaison de deux géométries de mesures en diffraction de rayons X pour la détermination de la texture d'échantillons cisaillés de faibles dimensions

238

1. Définition des géométries de mesure 239

1.1. Géométrie classique de Schulz 240

1.2. Géométrie à angle d'incidence réel constant 242

2. Validation de la méthode 243

3. Application de la méthode aux échantillons cisaillés 244

4. Références bibliographiques 248

Annexe B - Caractérisation du matériau à l'état initial **249**

1. Caractérisation de la texture initiale 250

2. Caractérisation de la microstructure initiale 251

Résumé
Abstract **253**

- Introduction générale -

Contexte et objectifs de la thèse

Contexte de l'étude

Les développements et les choix de matériaux pour l'industrie automobile intègrent non seulement les propriétés intrinsèques au matériau mais également des critères économiques et environnementaux. Il s'agit en particulier pour chaque véhicule de diminuer les émissions de gaz à effet de serre et d'augmenter la sécurité. Une réponse à ces exigences est l'utilisation d'aciers à très haute résistance permettant de réduire les épaisseurs de pièces, et donc le poids et la consommation des véhicules, tout en conservant de bonnes performances en termes de résistance et de formabilité.

De nombreuses voies de développement d'aciers à très haute résistance ont déjà été explorées, chacune faisant appel à différents mécanismes de durcissement parmi lesquels nous pouvons distinguer :

- La réduction de la taille de grains,
- Le durcissement par solution solide,
- Le durcissement par précipitation (aciers IF, HSLA),
- L'introduction d'une seconde phase durcissante (martensite, perlite, bainite).

Chaque mécanisme de durcissement apporte un gain en résistance bien spécifique. Cependant, l'augmentation de la résistance conduit souvent à une baisse de ductilité.

Une nouvelle nuance d'aciers récemment développée par le sidérurgiste ArcelorMittal présente des propriétés significativement améliorées par rapport aux aciers classiques à haute résistance (Figure i.1). Il s'agit des aciers à effet TWIP – Twinning Induced Plasticity- qui ont l'avantage de présenter un excellent compromis entre ductilité (>50%) et résistance mécanique (>1000MPa). Cette aptitude dépend principalement de l'activation du maclage au cours de la déformation. Les aciers considérés sont austénitiques à température ambiante grâce à la présence d'une grande quantité de manganèse (élément gammagène). Parmi ces aciers, la nuance Fe-22%Mn-0.6%C (en pourcentage massique)[ALL04][SCO05] est optimale à température ambiante en termes de ductilité et de résistance mécanique.

Cependant des travaux de recherche sont encore nécessaires pour mieux connaître et optimiser le comportement de ces aciers pendant la mise en forme. En effet dans la réalisation de certaines pièces, les champs de déformation locaux et variables dans le temps sont obtenus par des associations énergétiquement appropriées de systèmes de maclage et de mouvements de dislocations. Ce type d'étude est entrepris dans un programme de recherche créé en partenariat ArcelorMittal Research Maizières SA dans le cadre d'une Equipe de Recherche Technologique (ERT) 'Mise en forme des aciers et développement d'outils de simulation de leur comportement'. Cette équipe réunit les compétences de deux laboratoires de l'université de Metz : le LETAM (Laboratoire d'Etude des Textures Appliquées aux Matériaux UMR CNRS 7078) et le LPMM (Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux UMR CNRS 7554). Les travaux menés pour cette thèse s'inscrivent dans le cadre de cette ERT**.**

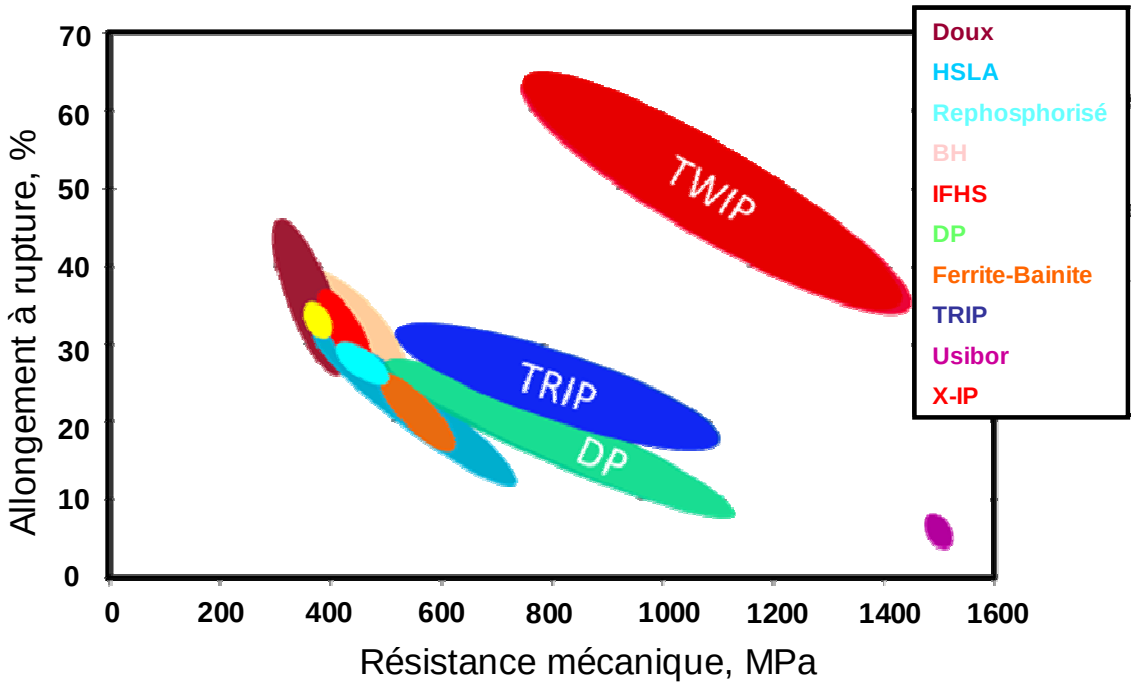


Figure i.1 Diagramme allongement à rupture / résistance mécanique en traction pour différent types d'aciers.

Objectifs de la thèse

Un des aspects de ce travail était l'étude des relations qui lient le comportement mécanique de l'acier Fe-22Mn-0.6C lors de différentes sollicitations mécaniques et les évolutions de microstructures et de textures dans le cas notamment d'une nuance de l'alliage à petite taille de grains. Nous nous sommes aussi particulièrement attachés à identifier et à caractériser l'activité de maclage et de mouvement de dislocations concourant aux mécanismes de déformation locaux en fonction des orientations des grains. Ces études ont été menées pour des essais de traction, de cisaillement simple et réversible, et de changements de trajets de déformation pour se rapprocher des conditions de déformation très différentes observées localement dans l'élaboration des pièces. A l'aide des différents résultats obtenus localement nous avons tenté d'expliquer les évolutions des textures et des microstructures dans chacun des cas. Nous avons par ailleurs essayé d'interpréter les variations de l'écrouissage du matériau au cours des différents chemins de déformation en fonction des modifications de la microstructure de maclage.

Un autre aspect du travail consistait également à étudier les possibilités de simulation du comportement mécanique offertes par l'emploi d'un modèle micromécanique en utilisant les paramètres microstructuraux déduits de la première partie de l'étude. Il s'agissait d'identifier les cas où il y a bon accord entre la prévision et les résultats expérimentaux en termes de comportement mécanique, de cinétique de maclage et des évolutions de textures et ceci pour les différentes sollicitations mécaniques étudiées.

Plan de la thèse

Le document est divisé en cinq chapitres.

Le **chapitre 1** est consacré au rappel des caractéristiques principales des aciers Fe-Mn-C se déformant par maclage. Nous présentons en particulier certains aspects métallurgiques des alliages Fe-Mn-C, les mécanismes de déformation (glissement des dislocations et maclage mécanique) et les mécanismes d'écrouissage proposés dans la littérature pour interpréter leur comportement mécanique remarquable.

Les différentes techniques expérimentales mises en œuvre lors de cette étude sont décrites dans le **chapitre 2**. Les outils et méthodes utilisés pour la campagne d'essais mécanique (traction uni-axiale, cisaillement simple et réversible, changement de trajet) sont indiqués. Nous présentons alors les différents outils d'investigation microstructurale. L'évolution de la texture au cours de la déformation a été caractérisée par diffraction des rayons X avec un goniomètre de texture. Les évolutions de microstructures et de textures locales ont été caractérisées par Microscopie Electronique à Balayage en utilisant un MEB équipé d'un canon à effet de champ (MEB FEG) et doté d'un système E.B.S.D. (Electron Back Scattering Diffraction). Pour obtenir une meilleure résolution spatiale, la microstructure a également été analysée à l'aide d'un Microscope Electronique à Transmission (MET).

Dans le **chapitre 3**, nous détaillons les résultats expérimentaux obtenus pour les essais de traction. Ces essais ont été réalisés pour deux directions de sollicitations DL et DT, et plusieurs tailles de grains. Les évolutions microstructurales sont caractérisées en détail pour différents niveaux de déformation interrompus, puis mis en relation avec les évolutions du coefficient d'écrouissage. La corrélation entre l'évolution de texture et de maclage est également discutée. Nous proposerons dans ce cadre une méthode d'estimation de la fraction de macles.

Le **chapitre 4** est consacré à l'étude du comportement de l'acier Fe-22Mn-0.6C lors de sollicitations en cisaillement monotone et réversible et lors de changement de trajets. L'influence du mode de sollicitation sur les évolutions microstructurales et l'écrouissage est analysé. En particulier, nous mettons en évidence un fort effet Bauschinger, mesuré grâce aux essais de cisaillement réversibles. Il est discuté en relation avec les mécanismes des déformations actifs et leurs interactions dans cet alliage à petit grains.

Le **chapitre 5** rapporte les différentes simulations réalisées à l'aide d'un modèle micromécanique élasto-viscoplastique polycristallin, formulé en petites déformations et intégrant l'effet TWIP. Ce modèle a été développé par M.N. Shiekhelsouk [SHI09]. En utilisant les paramètres microstructuraux déduits de l'expérience, nous avons testé les capacités du modèle dans la prévision des comportements mécaniques et d'évolutions microstructurales pour différents trajets de déformations examinés aux chapitres 3 et 4.

[ALL04] Allain S., Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse – Application à l'effet TWIP, thèse de l'INPL (2004)

[SCO05] Scott, C. , Guelton, N., Allain, S., Farral, M. , Cugy, P. The development of a new Fe-Mn-C austenitic steel for automotive applications. Proceeding of the MS&T'05 Conference, Pittsburgh, USA (2005)

[SHI09] Shiekhelsouk M.N., Favier V., Inal K., Cherkaoui M., Modelling the behaviour of polycrystalline austenitic steel with twinning-induced plasticity effect, International Journal of Plasticity, 25-1, p.105-133 (2009)

- Chapitre 1 -

Aspects métallurgiques des aciers à effet TWIP

SOMMAIRE

1. CARACTERES PARTICULIERS DES ACIERS FE-MN-C 15

1.1. Les aciers austénitiques : influence du carbone et du manganèse 15

1.2. Récents développements relatifs aux aciers Fe-Mn-C 17

1.3. Propriétés mécaniques 18

1.4. Analyse de la microstructure de maclage 21

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

2.1. Glissement et dissociation des dislocations 23

2.2. Maclage mécanique 24

3. ORIGINES DE L'ECROUISSAGE DANS LES ACIERS FE-MN-C 28

3.1. Glissement des dislocations parfaites 28

3.2. Mécanismes d'interaction dislocations / obstacles 29

3.3. Nature de l'écrouissage 34

4. BILAN DE LA SITUATION 35

5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 35

Les aciers à effet TWIP - TWinning Induced Plasticity - ont des performances en rupture par rapport aux aciers de structure classiquement utilisés dans l'automobile. Ils sont connus depuis les travaux Sir Robert Hadfield (1859 - 1940) et ont fait l'objet de nombreuses études, en particulier pour la réalisation de pièces de forge. L'adaptation de ces aciers à la réalisation de produits plats est plus récente et anime la communauté scientifique depuis les travaux de L. Rémy [REM75]. De nombreux travaux de thèse on été menés depuis, dont de ceux de S. Allain [ALL04a], S. Vercammen [VER04a], L. Bracke [BRA07a] et A. Dumay [DUM08a]. Nos travaux s'inscrivent dans le prolongement de ces études, en recourant à des caractérisations microstructurales détaillées et à l'analyse du comportement mécanique, pour des sollicitations complexes. Nous proposons ici un rappel des principaux aspects liés à la métallurgie des aciers Fe-Mn-C utiles dans la suite de l'étude. Nous détaillons en particulier les mécanismes de déformation et d'écrouissage de ces alliages.

1. Caractères particuliers des aciers Fe-Mn-C

Les aciers Fe-Mn-C présentent certaines caractéristiques métallurgiques, cristallographiques et mécaniques spécifiques auxquelles nous nous intéressons dans cette partie.

1.1. Les aciers austénitiques : influence du carbone et du manganèse

Les aciers faiblement alliés sont généralement de type ferritiques (structure cubique centrée) ou sont constitués de différentes phases (ferrite, cémentite, bainite, martensite ou austénite). L'addition d'éléments stabilisant l'austénite et l'utilisation de traitements thermomécaniques appropriés peuvent donner une microstructure entièrement austénitique, de structure cristalline cubique faces centrées (cfc). Du nickel et du chrome sont utilisés dans le cas des aciers inoxydables. L'utilisation du manganèse comme élément stabilisant l'austénite suscite de plus en plus d'intérêt pour l'élaboration de nouvelles nuances d'alliages.

Les premiers aciers austénitiques au manganèse, contenant environ 1.2% de carbone et 12% de manganèse (% massique), ont été mis au point par Sir Robert Hadfield en 1882. Les aciers Hadfield combinaient de remarquables propriétés d'usage : une bonne résistance mécanique et ductilité (supérieures respectivement à 1000MPa et 60%), une forte capacité d'écrouissage et une bonne aptitude au revêtement. Bien que leur comportement en terme d'écrouissage ait été attribué dans les premiers temps à la formation de martensite α' et ε, le maclage mécanique était également considéré comme un des mécanismes responsables du fort taux d'écrouissage [ADL86]. La stabilité de l'austénite et son aptitude à se déformer par maclage ou par transformation martensitique sont principalement influencés par les teneurs en carbone et en manganèse.

Le diagramme de phases d'un alliage ternaire Fe-Mn-C est présenté Figure 1.1 d'après les travaux de Schumann [SCH72]. Ce diagramme indique les phases en présence à température ambiante après trempe en fonction des compositions de carbone et de manganèse. Le carbone est en insertion et le manganèse en substitution. Ces deux éléments sont gammagènes, *i.e.* qu'ils stabilisent la phase austénitique γ de structure cubique faces centrées. Suivant la teneur en manganèse et en carbone, d'autres phases peuvent apparaître telles que les martensites ε (structure hexagonale compacte) et α' (structure quadratique centrée, proche de la structure ferritique α cubique centrée).

L'addition de carbone dans les aciers Hadfield influence la stabilité de l'austénite et par conséquent les propriétés mécaniques. Cependant, en proportion trop élevée, les atomes de carbone ne peuvent être retenus en solution solide et forment des carbures. Cela à pour effet de réduire la résistance mécanique et la ductilité. Le carbone en solution solide est favorable au maintien des propriétés mécaniques en raison de son interaction avec les dislocations (vieillissement dynamique) et de son influence sur le maclage mécanique. Les atomes de carbone sont piégés en se déplaçant de sites octaédriques à des sites tétraédriques [KAR02]. Néanmoins, le principal inconvénient des aciers Hadfield réside dans leur forte teneur en carbone qui nuit gravement à leur soudabilité, aptitude indispensable en industrie automobile.

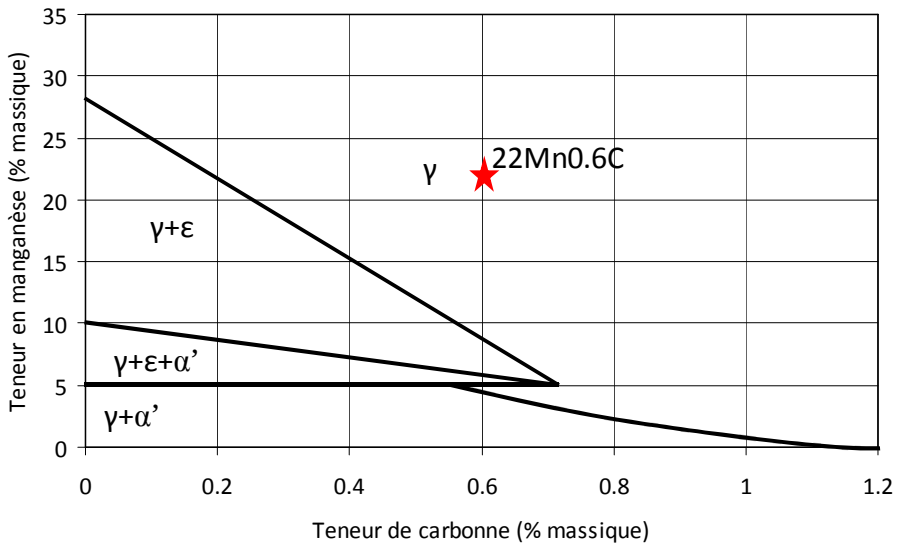


Figure 1.1 Diagramme de phases de l'alliage ternaire Fe-Mn-C d'après [SCH72].

1.2. Récents développements relatifs aux aciers Fe-Mn-C

D'importants efforts de recherche et de développement ont été conduits récemment par l'industrie sidérurgique sur les aciers à haute teneur en manganèse. En plus de leur fort potentiel en termes de propriétés mécaniques, les besoins économiques motivent le remplacement du chrome et du nickel par du manganèse, élément d'alliage meilleur marché.

De nombreux travaux ont été menés durant la dernière décennie sur les alliages Fe-Mn-C, notamment dans la perspective d'applications automobiles. Ces travaux avaient surtout pour but d'optimiser la composition des alliages et d'apporter une meilleure compréhension des mécanismes fondamentaux de déformation [ALL04a][VER04a][BRA07a][DUM08a][COL07a,b]. Les travaux de thèse menés par Allain [ALL04a] ont conduit à la réalisation d'une nuance de référence : Fe-22%Mn-0.6%C (voir Figure 1.1). Elle a été conçue pour être entièrement austénitique et présenter un effet TWIP optimisé à température ambiante tout en évitant la formation de martensite ε au cours de la déformation. Cette nuance de référence a été l'objet de notre étude.

Les travaux de thèse menés par Allain, Vercammen, Bracke, Dumay et Collet, respectivement [ALL04a][VER04a][BRA07a][DUM08a][COL07a,b], se sont tous focalisés sur des alliages de Fe-Mn-C proches et ont étudié les différents aspects suivants :

- L'élaboration de l'alliage. Cet aspect a principalement été abordé dans les travaux de Vercammen [VER04a,b] sur une nuance Fe-30Mn-0.5C et de Bracke [BRA07a] sur un alliage de référence Fe-22Mn. Les évolutions microstructurales ont été suivies durant les traitements thermomécaniques, notamment durant le laminage à froid. Bracke a également étudié en détail l'influence des paramètres de restauration et de recristallisation sur les microstructures finales.

- L'Influence des éléments d'alliage et de substitution. Les travaux réalisés par Dumay [DUM08a,b] et Bracke [BRA07a,b] s'appuyaient sur une nuance de référence à 22% de manganèse, mais à teneur en carbone variable. Les travaux de Dumay [DUM08a] portaient surtout sur l'influence d'éléments d'alliages sur les propriétés du matériau (résistance mécanique, ductilité, module d'Young et limite élastique). Trois axes de développement étaient envisagés : l'addition de cuivre en solution solide, de vanadium sous forme de précipités de carbures intragranulaires et le recours à un composite de carbure de titane à matrice Fe-Mn-C. Bracke [BRA07a] s'est intéressé à la substitution partielle du carbone par de l'azote afin d'améliorer la soudabilité de l'alliage.

- La caractérisation des mécanismes de déformation et d'écrouissage. Allain [ALL02][ALL04a,b] a mené les travaux les plus approfondis dans ce domaine (nous reviendrons en détail sur ces principaux résultats dans la partie suivante). Bracke [BRA07a], Dumay [DUM08a] et Vercammen [VER04a] ont également systématiquement caractérisé les propriétés de l'alliage en traction.

1.3. Propriétés mécaniques

Le comportement mécanique de la nuance Fe-22Mn-O.6C à gros grains a été analysé en détail dans les travaux de thèse d'Allain [ALL04a]. La Figure 1.2 présente les courbes de traction (1.2a) et d'écrouissage (1.2b) obtenues pour différentes températures sur cette nuance (taille moyenne de grains : 20µm). Les propriétés mécaniques correspondantes sont caractérisées par :

- Une faible limite d'élasticité
- Une résistance mécanique qui augmente lorsque la température diminue, pour dépasser 1000 MPa à partir de 298K.
- Un allongement homogène qui atteint 50% à 298K.
- Une striction diffuse des éprouvettes uniquement observée à haute température (673K).
- Des instabilités de déformation plastique à température ambiante.

Le coefficient d'écrouissage est maximal à température ambiante (298K), plus faible à haute température et minimal à faible température (77K). Il caractérise en particulier la capacité d'un matériau à durcir suffisamment pour retarder l'apparition de la striction lors d'une déformation en traction. Le meilleur compromis allongement - résistance mécanique est donc obtenu à température ambiante. Allain a montré que l'évolution du coefficient d'écrouissage à température ambiante est liée à l'activité de maclage. En effet, les macles sont des obstacles forts au glissement des dislocations, au même titre que les joints de grains. En conséquence, le libre parcours moyen des dislocations diminue au cours de la déformation avec l'augmentation de la fraction de macles, produisant un fort écrouissage par un effet Hall-Petch dynamique.

Le coefficient d'écrouissage varie en fonction des modes de déformation activés, sur lesquels l'énergie de faute d'empilement (EFE) a une influence de premier ordre. A composition chimique donnée, l'EFE augmente avec la température [REM75]. Allain a étudié en détail les différents modes de déformations de l'alliage Fe-22Mn-0.6C en fonction de la température, qui incluent :

- Le glissement des dislocations parfaites à haute température (673K).

- Le glissement des dislocations parfaites et dissociées à température intermédiaire haute (523K).
- Le maclage mécanique et glissement des dislocations (température ambiante 298K).
- Le maclage mécanique, transformation martensitique et glissement des dislocations à température intermédiaire basse (163K).
- La transformation martensitique et glissement des dislocations à basse température (77K).

Bracke, Vercammen et Dumay se sont également intéressés aux propriétés de l'alliage à effet TWIP en traction ou en compression. Ces études ont surtout porté sur l'influence des éléments d'alliage ou de substitution sur les propriétés mécaniques.

Plus généralement, Asgari et al. [ASG97] ont mis en évidence que l'écrouissage évolue suivant différents stades au cours de la déformation des matériaux à faible EFE. Ces stades sont schématisés Figure 1.3 et sont analysés en fonction des évolutions microstructurales et en particulier de l'activité de maclage. La chute d'écrouissage se produisant au cours du stade A est interrompue par l'activation des premières macles, apparaissant au stade B. Ce stade est caractérisé par un niveau d'écrouissage constant.

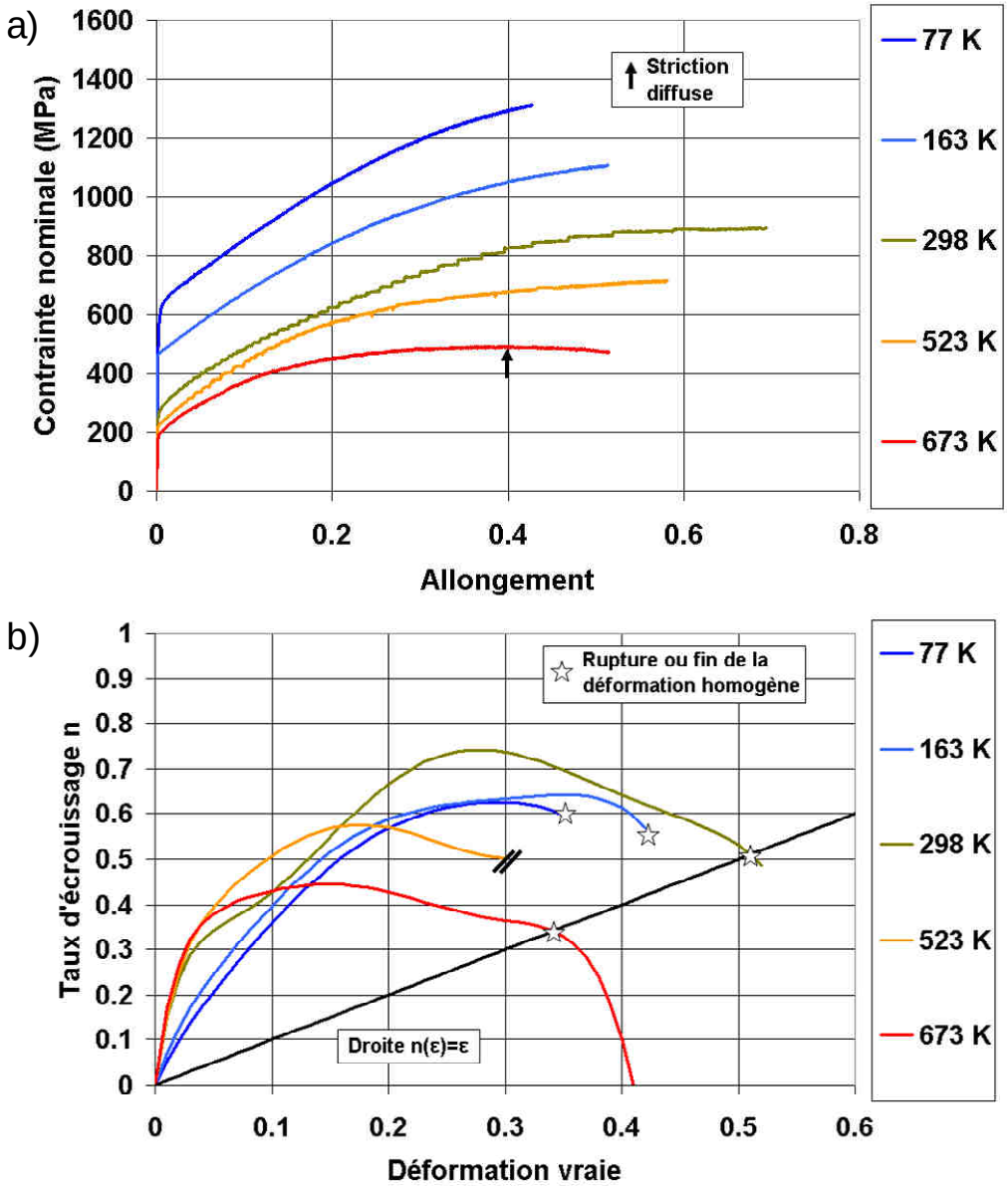


Figure 1.2 Courbes de traction (1.2a) et d'écrouissage (1.2b) obtenues pour l'acier Fe-22Mn-0.6C à gros grains (20µm), d'après [ALL04a].

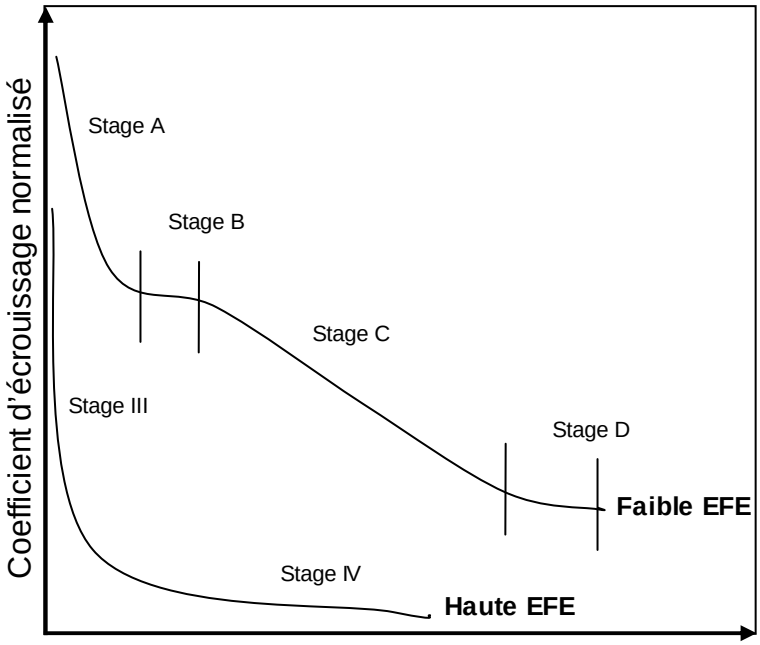


Figure 1.3 Différents stades d'écrouissage suivant l'énergie de faute d'empilements du matériau, d'après [ASG97].

1.4. Analyse de la microstructure de maclage

Les analyses en microscopie électronique à transmission ont mis en évidence des macles de tailles nanométriques organisées en faisceaux [ASG97][REM78][REM81][SHU92] [ALL04a,b][ALL02][VER04a,b][BRA07a,b][KAR02][ELD99]. Les macles observées par microscopie optique (Figure 1.4) sont en réalité constituées d'un empilement de macles, généralement qualifiées dans la littérature de micromacles, séparées par des intervalles de matrice austénitique (Figure 1.5).

La connaissance de la fraction de macles est un paramètre important pour la compréhension et la prévision du comportement des matériaux se déformant par maclage. Certains auteurs ont quantifié cette fraction à partir de la caractérisation de la microstructure de maclage en microscopie optique et en transmission [ASG97][ALL02] [REM78], en s'appuyant sur des considérations morphologiques sur la macle [FUL53]. Des travaux actuellement en cours à l'ESRF [COL07a][COL07b] sur l'alliage Fe-22Mn-0.6C tentent de déconvoluer les différentes contributions plastiques (dislocations, faute d'empilement et maclage) par l'analyse des largeurs des raies de diffraction. Différentes approches ont également été développées pour estimer la fraction de macles par EBSD, et appliquées à des matériaux à gros grains [MAS02][FAN08].

L'ensemble des techniques d'investigations mises en œuvre jusqu'à présent sont soit limitées en résolution (microscopie optique) ou en surface analysée (microscopie électronique à transmission ou à force atomique [ALL04a][FAR93][FRE06]). Des tentatives d'analyses par la technique EBSD en microscopie électronique à balayage standard ont été

réalisées récemment sur des aciers se déformant par maclage [YAN06][LEE07][UEJ08]. Les développements récents des microscopes à haute résolution équipés d'un canon à effet de champ et des caméras EBSD de meilleures sensibilités permettent d'envisager des caractérisations plus précises de microstructures de maclage.

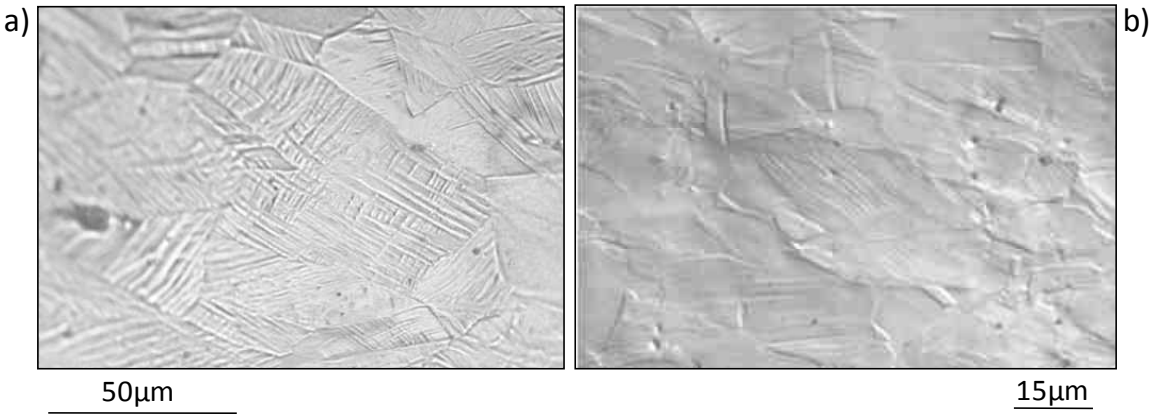


Figure 1.4 Analyse de la microstructure de maclage par microscopie optique. (a) Acier Fe-Mn-C à effet TWIP déformé en traction à 0.35 de déformation vraie, d'après [ALL02]. (b) Laiton α déformé en compression à 0.3 de déformation vraie, d'après [ASG97].

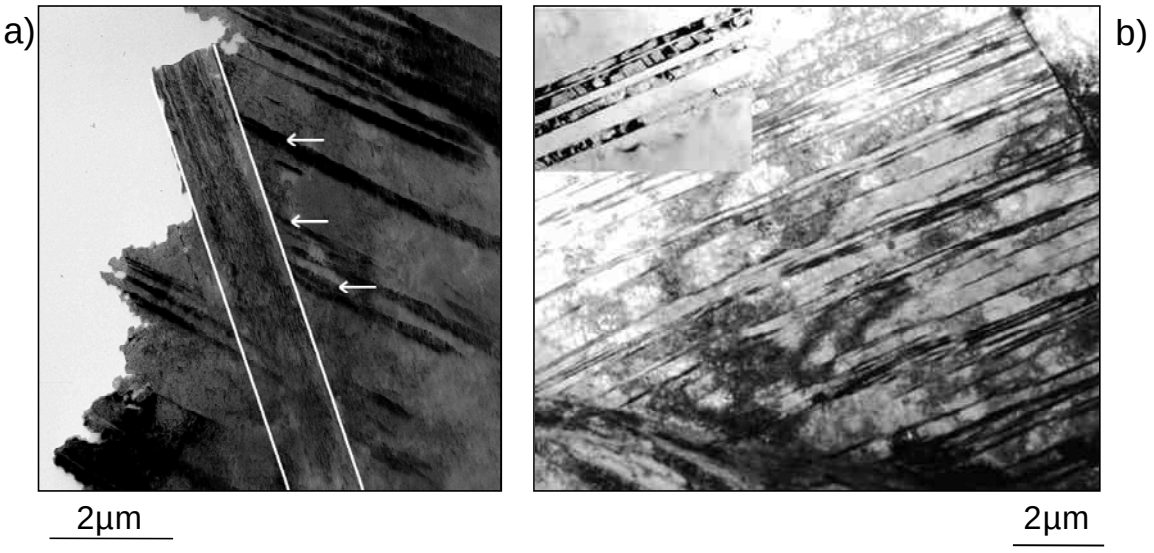


Figure 1.5 Analyse de la microstructure de maclage par microscopie électronique en transmission d'aciers Fe-Mn-C. (a) Déformation en traction à 0.4 de déformation vraie, d'après [ALL02]. (b) Déformation en laminage à 0.21 de déformation vraie, d'après [VER04b].

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

Dans l'alliage Fe-22Mn-0.6C, deux mécanismes de déformation sont actifs à température ambiante : le glissement des dislocations et le maclage.

2.1. Glissement et dissociation des dislocations

Par définition, une dislocation est un défaut linéaire dans les matériaux cristallins. C'est par le mouvement de ces dislocations qu'un matériau se déforme plastiquement. En général, le glissement des dislocations apparaît suivant les plans et directions cristallographiques denses. Dans le cas d'un matériau de structure cubique faces centrées, il s'agit des plans {111} et des directions <110>. Le vecteur de Burgers d'une de ces dislocations parfaites est de type $\frac{a}{2}<110>$, où a est le paramètre de maille de l'austénite.

Afin de minimiser leur énergie de ligne, ces dislocations parfaites sont susceptibles de se dissocier en deux dislocations partielles de Shockley, de vecteurs de Burgers plus faibles [HIR82]. Dans le cas d'une dislocation parfaite de vecteur de Burgers $\frac{1}{2}[011]$ glissant dans un plan $(1\bar{1}1)$, sa dissociation en deux dislocations partielles glissiles se fait suivant la réaction 1.1 :

$$\frac{1}{2}[011]_{(1\bar{1}1)} \rightarrow \frac{1}{6}[121]_{(1\bar{1}1)} + \frac{1}{6}[\bar{1}12]_{(1\bar{1}1)} \qquad 1.1$$

Sur le plan énergétique, cette réaction est favorable. Néanmoins, le passage d'une dislocation partielle conduit à la création d'un défaut, appelé faute d'empilement. La seconde dislocation partielle reconstitue le cristal. La dissociation des deux dislocations conduit alors à la création d'un ruban de défauts entre les deux dislocations partielles (défaut énergétiquement défavorable), provoquant une force de rappel entre elles. Cette force par unité de longue de dislocation correspond à l'EFE [WEE70]. Il existe une distance d'équilibre entre les partielles, appelée distance de dissociation, à laquelle la force de répulsion élastique est compensée par la force de rappel due à l'énergie du défaut. La distance de dissociation ζ est fonction de l'EFE Γ et s'écrit [FRI64][BYU03] :

$$\zeta = \frac{\mu (b_{112})^2}{4\pi\Gamma} \qquad 1.2$$

$$\Gamma^* = \frac{\Gamma}{\mu b_{112}} \qquad 1.3$$

où μ est le module de cisaillement du matériau et b_{112} la norme du vecteur de Burgers des dislocations partielles de Shockley. L'EFE normalisée est définie par l'équation 1.3. Lorsque ce paramètre est élevé, le glissement dévié est favorisé. Pour des valeurs faibles de l'EFE normalisée, le glissement est majoritairement planaire.

La nature d'un défaut d'empilement dépend du nombre de plans atomiques translatés durant le passage d'une des dislocations partielles. Les défauts dits intrinsèques ne déplacent qu'un seul plan alors que les défauts extrinsèques en déplacent deux [OLS75].

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

2.2. Maclage mécanique

La plupart des matériaux (structure cristalline cubique faces centrées, cubique centré, hexagonale…), sous certaines conditions, peuvent se déformer par maclage mécanique. Dans les matériaux ayant un nombre de systèmes de glissement limités, le maclage joue un rôle essentiel [FIS03]. Il compense le manque de systèmes de glissement indépendants pour accommoder la déformation (cas des matériaux de structure cristalline hexagonale [ROS64] ou les alliages ordonnés par exemple [JIN95][FAR93]). Le maclage mécanique joue également un rôle important dans les matériaux de structure cristalline cfc à faible EFE, comme dans les aciers Hadfield [KAR01], les alliages Cu-Al [MOR80], Co-Ni [REM78] ou les aciers inoxydables austénitiques [LEC72]. Une revue bibliographique très complète a été proposée par Christian et Mahajan [CHR95] sur la déformation par maclage mécanique.

2.2.1. Aspects cristallographiques

La structure cristallographique cubique faces centrées peut se schématiser comme un empilement de plans compacts (plans {111}). Dans le modèle des sphères dures, les plans compacts peuvent prendre trois positions : A, B et C. La structure cfc est un empilement de plans compacts selon la séquence : ABCABC. Une macle mécanique dans cette structure est créée par le passage de dislocations partielles de Shockley identiques traînant des fautes d'empilement intrinsèques tous les plans atomiques {111}, dans une direction cristallographique <112>. Une macle est une lamelle ayant une symétrie par rapport au plan de type {111} (A, B ou C) frontière entre la matrice et la macle (appelé plan de macle). Elle

produit un glissement égal à $1/\sqrt{2}$. La figure 1.6 présente une coupe d'une macle selon un plan de type {110}, plan contenant le vecteur de Burgers des dislocations partielles.

Les macles mécaniques sont dites cohérentes car les joints de macles assurent une continuité parfaite entre les structures cristallographiques de l'austénite et de la macle sans dislocation résiduelle à l'interface. Ainsi, une macle mécanique est un défaut d'empilement cristallin dû à l'accommodation du réseau à la déformation macroscopique (cisaillement pur [FIS03]). Une macle mécanique correspond à une lamelle de structure cubique faces centrées, dont les interfaces cohérentes, appelées joints de macles, sont des plans de symétrie du réseau cristallographique.

Dans une structure cubique à faces centrées, les éléments cristallographiques du maclage sont [REM75][EDI75] :

– K1 le plan de maclage de type {111} correspondant au plan de glissement des partielles de Shockley,
– η1 la direction de cisaillement de type <112> correspondant à la direction des vecteurs de Burgers des dislocations partielles,
– K2 le plan non distordu au cours du cisaillement, de type {111},
– η2 l'intersection des plans K2 et K1 de type <112>.

Le glissement produit par une macle parfaite d'origine intrinsèque dans la direction η1 est donc égale à $\gamma_0 = b_{112} / d_{111}$ avec d_{111} la distance réticulaire entre deux plans denses {111}. Dans le cas extrinsèque, le glissement est égal à $\gamma_0 / 2$ [COU99].

De nombreux mécanismes à l'échelle des dislocations ont été proposés pour expliquer la germination et la croissance des macles mécaniques pour les matériaux de structure cubique à faces centrées. Deux grandes familles de mécanismes sont présentées dans la littérature :

- Les mécanismes de pôle, dans lesquels une macle est produite par une seule et unique dislocation partielle tournant autour d'une dislocation vis de la forêt en émettant à chaque tour une partielle sur un plan différent grâce au caractère vis de la dislocation pôle [VEN64a,b][VEN63][SON95][WEE70][AZZ96]. Ce type de modèle n'explique pas la vitesse de développement d'une macle. Différents auteurs ont par ailleurs critiqué une configuration trop particulière des dislocations et des dissociations énergétiquement défavorables pour ces modèles [COH63][VEN63].

- Les mécanismes basés sur la dissociation des dislocations dans un plan dévié en tête d'empilement sous l'action des fortes concentrations de contrainte [COH63][VEN63] [MOR80][FUJ72][CHR95].

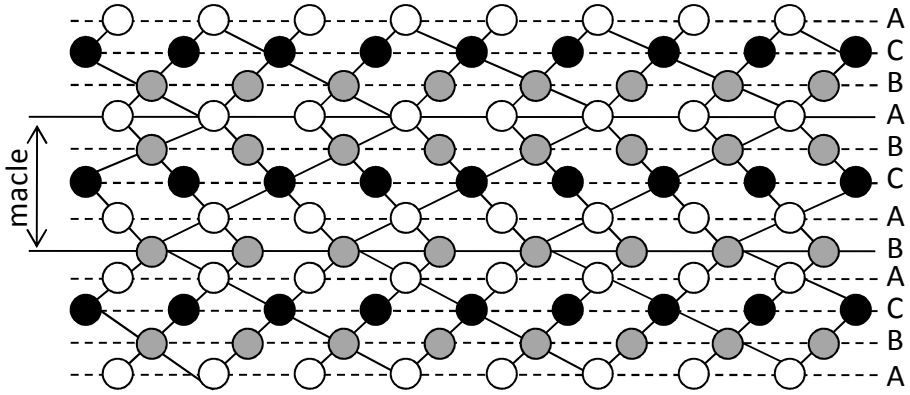


Figure 1.6 Représentation selon une coupe {110} de l'empilement ABC des plans denses {111} dans un cristal cfc et d'une macle produite par le passage de 4 partielles de Shockley identiques. Les fautes d'empilement successives reconstituent une structure cfc miroir.

2.2.2. Paramètres influençant le maclage

(i) Energie de faute d'empilement (EFE)

De nombreux travaux ont montré que l'EFE joue un rôle fondamental, et peut être vue comme un paramètre d'influence de premier ordre sur l'activité de maclage. Rohatgi et al. [ROH01] sont arrivés à la conclusion que l'aptitude d'un matériau à se déformer par maclage augmente avec la diminution de l'EFE. L'influence de l'EFE sur les mécanismes de déformation actifs est représentée Figure 1.7. L'EFE elle-même dépend de deux paramètres métallurgiques et thermodynamiques : la composition chimique et la température [ADL86][WAN01].

Venables [VEN63] a montré expérimentalement le lien entre la contrainte critique de maclage et l'EFE, dans le cas d'alliages de structure cubique faces centrées à base cuivre (Figure 1.8). Ses travaux ont permis également d'exprimer analytiquement l'effet de l'EFE sur la contrainte critique de maclage [VEN64a] (expression 1.4) :

$$\tau^{c-\mathrm{int}} = \frac{\Gamma}{b_{112}} + \frac{\mu b_{112}}{R_c} \qquad 1.4$$

où Γ est l'EFE, τ^{c-int} la cission critique intrinsèque de maclage, b_{112} le vecteur de Burgers d'une dislocation de Schockley, R_c est le rayon critique d'émission de la boucle de dislocation et μ le module de cisaillement.

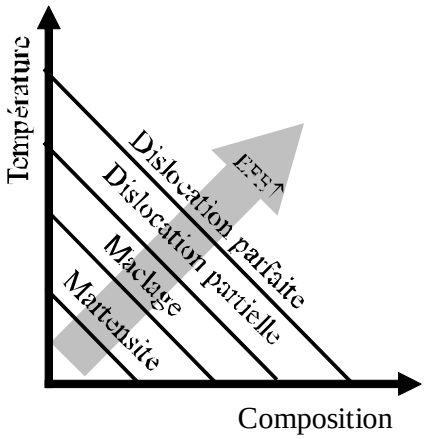


Figure 1.7 Influence de l'EFE sur les mécanismes de déformations actifs.

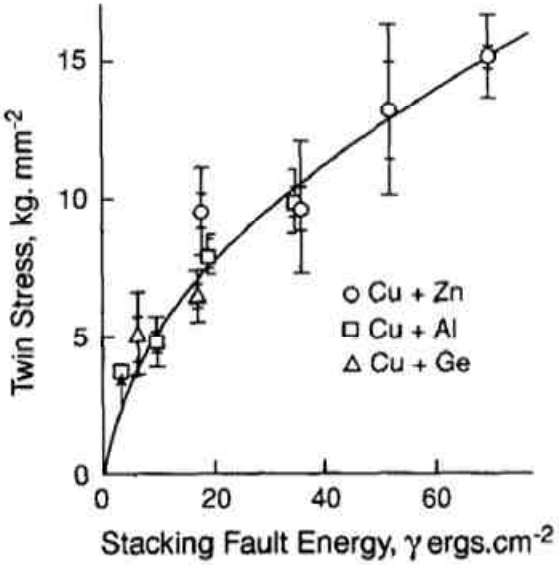


Figure 1.8 Evolution de la contrainte critique de maclage pour différents alliages à base cuivre, en fonction de l'EFE, d'après [VEN63].

(ii) Taille de grains

Des études expérimentales ont montré que la fraction de macles tend à augmenter avec la taille de grains [ARM73][ELD99]. Dans le cas d'un laiton α, des éprouvettes déformées en compression ayant une taille moyenne de grains de 250µm montrent une densité de macles très importante par rapport à celles ayant une taille moyenne de grains de 9 et 30µm [ELD99]. Inversement, les petites tailles de grains peuvent conduire à l'inhibition du maclage [CHU69][HUL61]. De plus, la taille de grains influence également l'épaisseur des macles, qui augmente avec la taille de grains [HUL61].

(iii) Vitesse de déformation

Certains travaux ont montré que l'augmentation de la vitesse de déformation favorise la formation de macles. En particulier, dans le cas de chargements dynamiques ($\dot{\varepsilon} > 10^{-1} s^{-1}$) [CHR95][ROH01][WAN01], des macles se forment dans les matériaux cfc à forte EFE, qui ne se déforment pas par maclage sous chargement statique. Dans des conditions de vitesses de déformation intermédiaires ($\dot{\varepsilon} < 10^{-2} s^{-1}$), la contrainte de maclage est indépendante de la vitesse de déformation [KAR00][MEY01].

3. Origines de l'écrouissage dans les aciers Fe-Mn-C

L'écrouissage est le résultat du mouvement des dislocations sur leur plan de glissement contenant ou traversé par des défauts, constituant dans ce plan des obstacles ponctuels ou étendus. Deux mécanismes interviennent principalement dans l'écrouissage : la création et la multiplication des dislocations mobiles et les mécanismes d'interaction de celles-ci avec les obstacles rencontrés. Ces deux mécanismes sont étroitement liés car les dislocations mobiles d'un système constituent des obstacles pour les autres, et le nombre et la nature des obstacles mis en cause évoluent de manière couplée. Dans le cas des aciers Fe-Mn-C, plusieurs hypothèses sont envisagées dans la littérature permettant d'expliquer le fort taux d'écrouissage observé.

3.1. Glissement des dislocations parfaites

Le glissement des dislocations est un mécanisme élémentaire d'écrouissage des matériaux. D'une manière générale, au cours d'une déformation, la contrainte d'écoulement plastique d'un matériau augmente. Ce phénomène d'écrouissage, ou consolidation, correspond à une augmentation irréversible de la limite d'élasticité liée à l'augmentation de la densité de dislocations. Les mécanismes élémentaires de création et de multiplication des boucles sont les sources de dislocations, la plus connue d'entre elles étant la source de Frank et Read.

Pour les valeurs de contraintes supérieures à la limite d'élasticité macroscopique, l'accumulation de dislocations sur les plans de glissement actifs gêne le déplacement des dislocations mobiles. Il en résulte qu'une augmentation de la contrainte appliquée est nécessaire pour que le glissement progresse sur ces plans. De plus, l'activation du glissement conduit à une rotation progressive des axes cristallographiques des grains par rapport aux axes de sollicitation. Ces deux effets conduisent à l'activation d'autres systèmes de glissement, initialement moins favorablement orientés (glissement multiple).

L'augmentation de la contrainte d'écoulement plastique résulte en grande partie de l'interaction à courte portée entre dislocations. En traction uni-axiale, en admettant que

l'écrouissage par dislocations est indépendant de la taille de grains, la contrainte d'écoulement plastique s'écrit [TAY38]:

$$\sigma = M\tau = M\left(\tau_0 + \alpha\mu b\sqrt{\rho - \rho_0}\right) \qquad 1.5$$

M correspond au facteur de Taylor, τ_0 à la cission critique de glissement initiale, ρ et ρ_0 correspondent respectivement aux densités de dislocations à une déformation donnée et initiale et α est une constante dépendant du matériau. Le durcissement par écrouissage est représenté par le terme associé à l'augmentation de la densité de dislocations (ρ-ρ_0), car pendant la déformation, ρ devient très rapidement grand devant ρ_0.

3.2. Mécanismes d'interaction dislocations / obstacles

Hormis les interactions de nature élastique, les dislocations mobiles sont susceptibles de rentrer en contact avec d'autres obstacles de la structure. Nous envisageons ici les trois interactions pouvant contribuer à l'écrouissage des alliages Fe-Mn-C : l'effet de la solution solide, le vieillissement dynamique et le maclage mécanique.

3.2.1. Effet du carbone en solution solide

La présence d'atomes étrangers en solution solide agit sur l'écrouissage de deux manières : par la valeur de l'énergie de faute d'empilement dépendant de la teneur en soluté et par l'introduction de discontinuités ponctuelles dans le réseau cristallin, freinant ainsi le déplacement des dislocations par glissement. Il existe deux types de solution solide dans les alliages métalliques, suivant l'emplacement des atomes des éléments d'alliage dans le réseau cristallin du métal de base :

- Les solutions solides de substitution (atomes de soluté remplaçant des atomes du solvant - Fe - sur les sites du réseau cristallin).
- Les solutions solides d'insertion (atomes de soluté insérés entre les sites du réseau cristallin du solvant - Fe -).

Les éléments d'addition les plus courants dans les aciers sont Mn, Si, Cr, Ni, Mo et Ti. Il s'agit de solutés substitutionnels tandis que le carbone et l'azote sont des solutés d'insertion. Le taux d'écrouissage d'un acier contenant des atomes en solution solide est plus élevé que celui des métaux purs [PIC78]. Les atomes de soluté gênent le déplacement des dislocations mobiles et modifient les mécanismes d'annihilation et de recombinaison de dislocations. La densité totale de dislocations est alors en moyenne plus élevée dans un

matériau contenant des atomes en solution solide que dans les métaux purs. La valeur de la contrainte d'écoulement plastique, a déformation donnée, est donc également plus élevée.

Dans le cas des alliages Fe-Mn-C à effet TWIP, le carbone en solution solide contribue à l'écrouissage, comme cela est montré par Bouaziz et al. [BOU08]. Pour analyser cet effet, des essais de traction ont été réalisés sur deux alliages Fe-22Mn de même taille de grains, mais avec une teneur en carbone de 0.6% et 1%. Il a été observé que l'augmentation de la teneur en carbone conduit à une augmentation de la limite d'écoulement et de l'écrouissage. Le carbone en solution solide contribue d'une part à l'augmentation de la contrainte. Mais il a également pour effet l'augmentation de l'EFE, ce qui conduit à une diminution de la cinétique de maclage et une augmentation de la restauration dynamique [SCH55]. L'écrouissage pour l'alliage contenant 1% de carbone devrait donc être inférieur à celui contenant 0.6%, ce qui va à l'encontre des résultats expérimentaux obtenus par Bouaziz et al [BOU08] et Allain [ALL04a]. Néanmoins, il est montré que le carbone en solution solide dans l'austénite conduit également à une diminution de la restauration dynamique, du fait de l'augmentation de l'écrouissage.

Le carbone en solution solide contribue donc de manière substantielle à l'écrouissage des alliages Fe-Mn-C, sans en être le seul responsable. L'effet du maclage joue également un rôle très important.

3.2.2. Vieillissement dynamique

Le phénomène de vieillissement dynamique, ou de Portevin-Le Chatelier, correspond à un mécanisme d'ancrage / désencrage des dislocations mobiles. Les courbes d'essais de traction des aciers Fe-Mn-C présentent des sauts de contrainte, comme nous pouvons le voir Figure 1.9 sur un acier Hadfield [DAS81].Ces sauts sont généralement attribués dans la littérature à un mécanisme de vieillissement dynamique. Certains auteurs [DAS81][SHU92] font par ailleurs l'hypothèse que les forts taux d'écrouissage observés sur les alliages Fe-Mn-C sont principalement dus à ce phénomène de vieillissement dynamique et non pas au maclage mécanique. La plupart des études conduisant à cette conclusion ont été réalisées sur des aciers austénitiques Hadfield, qui sont plus chargés en carbone (%C>1%) que notre alliage de référence Fe-22Mn-0.6C. D'après ces auteurs, bien que de nombreuses macles mécaniques apparaissent au cours de la déformation, la contrainte d'écoulement du matériau dépend uniquement du comportement individuel des dislocations dans l'austénite non maclée. Conformément à un mécanisme de vieillissement dynamique, ces dislocations subissent une suite d'épinglages due à la diffusion du carbone. Ce mécanisme suppose que le carbone puisse diffuser assez rapidement autour des dislocations. Il se manifeste par conséquent dans un domaine de température et de vitesse de déformation donné. Comme une augmentation du nombre de dislocations mobiles est nécessaire pour compenser les dislocations immobilisées par les atmosphères de Cottrell et pour continuer à assurer la

vitesse de déformation macroscopique imposée, ce mécanisme nécessite un surcroît de contrainte d'écoulement et induirait donc une augmentation du taux d'écrouissage.

Nous verrons dans le chapitre 3 que l'alliage étudié présente bien certaines caractéristiques du vieillissement dynamique, notamment la présence de décrochements sur les courbes de traction à température ambiante, traduisant une instabilité de la déformation plastique. Ces instabilités ressemblent aux décrochements de type B observés par Dastur et Leslie [DAS81]. Bracke [BRA07] a supprimé le vieillissement dynamique dans l'alliage Fe-22Mn-0.6C. Pour ce faire, le carbone a été substitué par de l'azote, en conservant l'énergie de faute d'empilement ainsi que les propriétés mécaniques. Par conséquent, nous pouvons en conclure que l'augmentation de l'écrouissage est fortement liée au maclage mécanique. De plus, les travaux d'Allain [ALL02][ALL04a] renforcent l'idée que le fort taux d'écrouissage de l'acier Fe-22Mn-C à effet TWIP est principalement lié à l'activité de maclage.

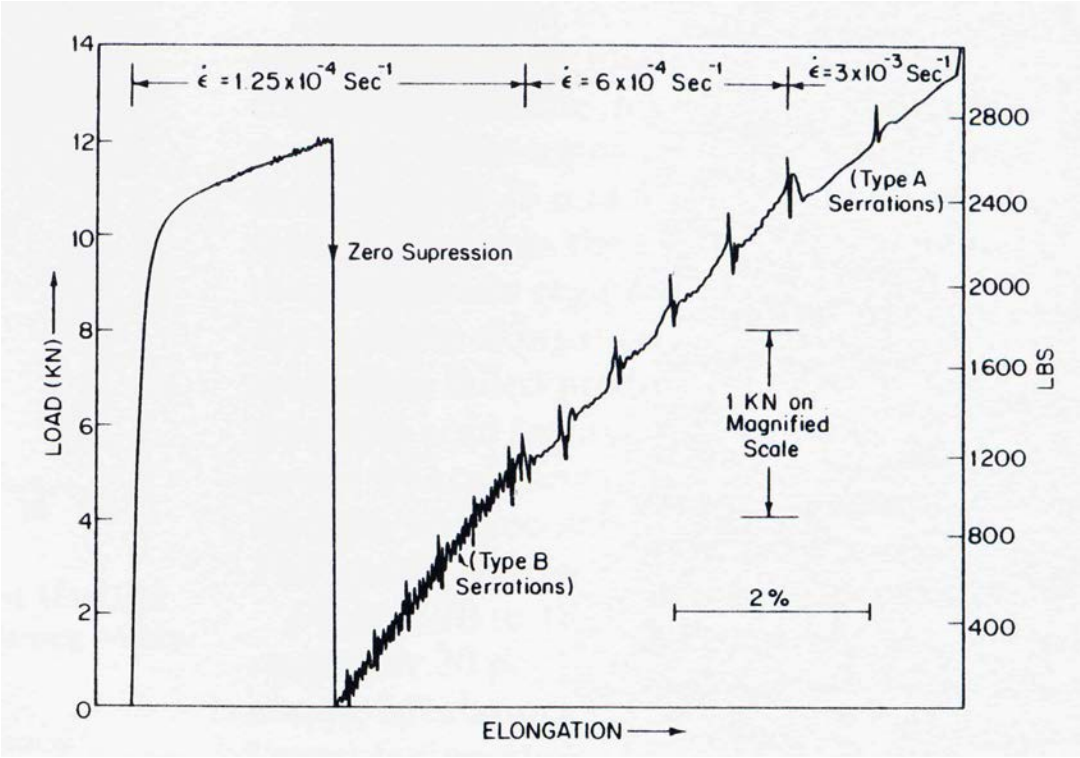


Figure 1.9 Courbes de traction d'un acier Hadfield à température ambiante d'après [DAS81].

3.2.3. Maclage mécanique

L'activité de maclage joue trois rôles importants sur le comportement mécanique.

- Elle contribue à la déformation plastique [MEY01].
- Elle impacte le niveau d'écrouissage [MUL79][REM78][REM81][MAH73].
- Elle influence l'évolution de texture notamment par la création des orientations des macles [VAN78][TOM91][PRO07].

L'importance de ces trois effets dépend de la fraction de macles générées durant la déformation. Mais l'effet prédominant est le durcissement produit par les macles. Les macles mécaniques agissent comme des barrières infranchissables pour les dislocations, au même titre que les joints de grains. Cet effet réduit alors le libre parcours moyen des dislocations. L'interaction glissement - maclage conduit à une augmentation du taux d'écrouissage, comme cela a été interprété sur des alliages Co-Ni [REM78], ou sur des aciers Fe-Mn-C [REM75][KAR00].

Différents paramètres tels que la taille de grains, la température et la vitesse de déformation influencent la formation et la morphologie des macles [CHR95]. La morphologie des macles elle-même influence le comportement en contrainte - déformation du matériau. Une distribution homogène de macles fines donne de meilleures propriétés mécaniques qu'une distribution hétérogène de macles très épaisses.

Les macles ont un rôle majeur sur la résistance d'un matériau. Elles contribuent principalement à augmenter la résistance mécanique grâce à la création de nouveaux obstacles au glissement des dislocations [KIM89] par la réduction de la taille de grains effective par la formation de macles, conduisant à un effet Hall-Petch dynamique. La transmission d'une dislocation à travers un joint de macle ne se fait jamais directement, même si les deux possèdent un plan de glissement en commun. Les dislocations s'empilent ou se décomposent au niveau du joint. Par conséquent, les joints de macles contribuent de la même manière à l'écrouissage que les joints de grains. L'augmentation du nombre de joints de macles avec la déformation conduit à une augmentation de la dureté du matériau [RAN99]. Les régions maclées, *i.e.* les grains contenant des macles, sont renforcées ou durcies du fait d'une augmentation locale du coefficient d'écrouissage.

La contrainte d'écoulement est reliée à la densité de dislocations selon l'expression établie par Taylor [TAY38], donnée par l'équation 1.5. Cette loi a été vérifiée par de nombreux résultats expérimentaux. La densité de dislocations stockées augmente au cours de la déformation principalement du fait des joints de grains et de macles, et des

interactions des dislocations de la forêt. Cette évolution peut être exprimée par l'équation 1.6 :

$$\frac{d\rho}{d\gamma} = \frac{1}{b}\left(\frac{1}{D} + \frac{1}{2e}\frac{F_{tw}}{1-F_{tw}} + k\sqrt{\rho}\right) - f\rho \qquad 1.6$$

D est la taille de grains, e l'épaisseur d'une macle et F_{tw} la fraction de macles. Le cisaillement total γ_g s'exprime par une loi de mélange en considérant la déformation par glissement et par maclage [REM78] s'écrit :

$$d\gamma = (1-F_{tw})d\gamma_g + \gamma_{tw}dF_{tw} \qquad 1.7$$

Ces expressions peuvent être utilisées pour évaluer l'effet du maclage sur la contrainte d'écoulement, comme cela a été proposé par Bouaziz et al. [BOU01] et Allain et al. [ALL04]. L'évolution de la courbe d'écrouissage normalisée suivant un calcul avec et sans maclage est présentée Figure 1.10 (Figure issue de [VER04a]).

Ces différents éléments tendent donc tous à montrer le rôle important que joue le maclage sur le niveau d'écrouissage élevé dans les alliages Fe-Mn-C.

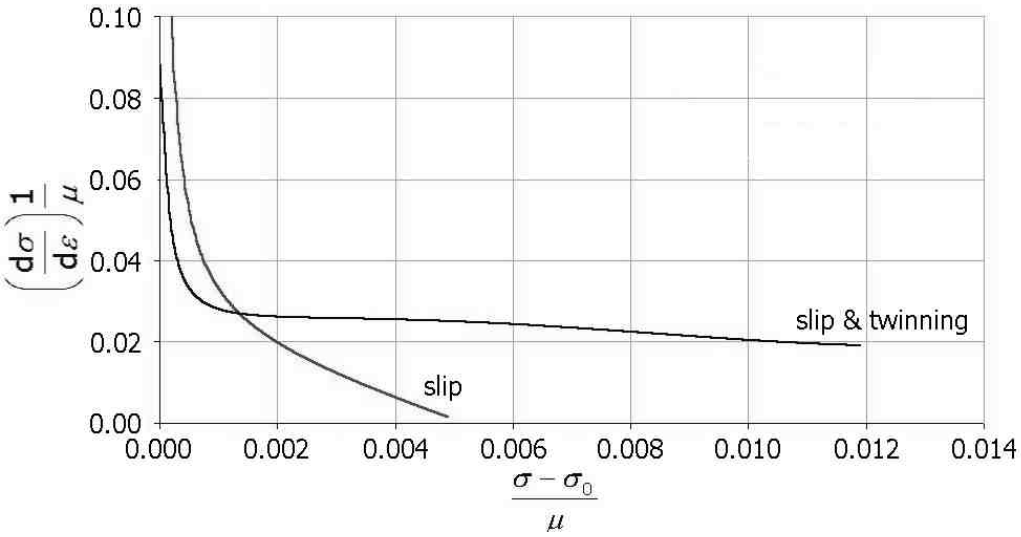


Figure 1.10 Mise en évidence de la contribution du maclage sur l'écrouissage, d'après [BOU01][VER04a].

3.3. Nature de l'écrouissage

Comme nous venons de le voir, différents mécanismes de déformation peuvent contribuer à l'écrouissage des alliages Fe-Mn-C. Concrètement, l'écrouissage peut comporter une contribution isotrope et une contribution cinématique. Les origines physiques de la nature isotrope ou cinématique de l'écrouissage sont différentes, chacune étant engendrée par des mécanismes de déformation spécifiques.

Tout d'abord, la contribution isotrope est liée à l'écrouissage par les dislocations de la forêt statistiquement stockées ou géométriquement nécessaires. Son évolution au cours de la déformation est donc liée à celle de la densité de dislocations.

La contribution cinématique est liée pour sa part aux hétérogénéités microstructurales créant des champs de contraintes locaux. Plus généralement, il peut être admis que l'écrouissage cinématique est contrôlé par l'effet de 'taille de grains'. Les empilements de dislocations sur des obstacles génèrent des contraintes locales, appelées 'back stress', qui s'opposent à la contrainte appliquée sur les plans de glissement. L'existence de la contrainte de 'back stress' a été démontrée expérimentalement par Edwards et al. [EDW53] par des essais de cisaillement sur des monocristaux de zinc. Le cristal est pré-déformé, déchargé, puis rechargé dans une direction opposée à la première. Lors de cette recharge, la limite d'écoulement est plus faible que lorsqu'il a été déformé la première fois. Cet effet est lié au développement de la contrainte de 'back-stress' générée par les empilements de dislocations sur des obstacles durant la pré-déformation. Cette contrainte facilite le mouvement des dislocations lorsque la direction de glissement est inversée avec le sens de sollicitation. De plus, lorsque la direction de glissement est inversée, des dislocations de signe opposé peuvent être créées. Les dislocations de signe opposé s'attirent et s'annihilent, conduisant à un adoucissement. Ceci explique le fait que la courbe d'écoulement lors du second trajet soit adoucie. La baisse de la limite d'écoulement lors du trajet de déformation en sens opposé est connue sous le nom d'effet Bauschinger. Bauschinger [BAU81] avait en effet mis en évidence ce phénomène sur du fer sollicité en traction puis en compression.

Différents types de barrières peuvent conduire à des empilements de dislocations, à l'origine de la contrainte de 'back stress'. L'intersection de dislocations avec des plans de glissement peut conduire à la formation de nouvelles dislocations dont la direction de glissement n'appartient pas au réseau de base. Les dislocations ainsi produites sont dites sessiles, caractérisées par leurs faibles mobilités. Une dislocation sessile n'appartient pas à un plan de glissement dense, et peut jouer le rôle d'obstacle vis-à-vis des autres dislocations. Cette réaction conduit à la formation de verrous de Lomer-Cottrell. Hamdi et Asagari [HAM08] suggèrent même que le fort taux d'écrouissage des matériaux cfc se déformant par maclage est lié à la formation de ces verrous. Néanmoins, la formation de verrous de Lomer-Cotrell nécessite du glissement dévié. Du fait de leurs faibles énergies de faute d'empilement, le glissement est majoritairement planaire dans les alliages Fe-Mn-C. Nous

pouvons donc considérer que dans l'alliage Fe-22Mn-0.6C, les barrières au glissement des dislocations sont essentiellement les joints de grains et les joints de macles.

4. Bilan de la situation

Nous avons présenté dans ce chapitre les éléments nécessaires à la compréhension de l'étude qui sera présentée dans les chapitres suivants. Cette étude a été menée sur un acier austénitique Fe-22Mn-0.6C où la complexité des mécanismes de déformation est étroitement liée à l'énergie de faute d'empilement du matériau. Cette dernière est estimée à environ 20 $mJ.m^{-2}$, conduisant à l'activation conjointe du glissement des dislocations et du maclage mécanique. L'activation de macles au sein du polycristal joue un rôle très important sur l'écrouissage, notamment pour son maintien à un niveau élevé.

Jusqu'à présent l'ensemble des études s'appuyant sur la caractérisation microstructurale des aciers se déformant par maclage a fait appel principalement à deux outils: la microscopie optique ou électronique à transmission qui ont des pouvoirs de résolution et des champs d'application très différents. De ce fait, peu de travaux ont porté de manière approfondie sur les liens entre le comportement mécanique et le couplage de la texture et du maclage. Pour réaliser ce type d'étude en prolongement des études déjà menées nous avons eu, pour notre part, aussi recours à des techniques expérimentales additionnelles spécifiques de caractérisations microstructurales et mécaniques. Ces moyens expérimentaux décrits dans le chapitre suivant nous ont permis de développer une analyse du comportement des aciers Fe-Mn-C à effet TWIP prenant en compte des caractéristiques microstructurales plus complètes.

5. Références bibliographiques

[ADL86] Adler P.H., Olson G.B., Owen W.S., Strain hardening of Hadfield manganese steel, Metallurgical and Materials Transactions A, 17, p.1725-1737 (1986)

[ALL02] Allain S., Château J.P., Bouaziz O., Legros M., Garat X., Characterization of the mechanical twinning microstructure in a high manganese content austenitic steel, Proceeding of the International Conference on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys , Ghent, Belgium (2002)

[ALL04a] Allain S., Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse – Application à l'effet TWIP, thèse de l'INPL (2004)

[ALL04b] Allain S., Château J.P., Bouaziz O., Migot S., Guelton N., Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys, Materials Science and Engineering, 387, p.158-162 (2004)

[ARM73] Armstrong R.W., Worthington P.J., Metallurgical Effects at High Strain Rates, edition R. W. Rohde, B. M. Butcher, J. R. Holland and C. H. Karnes. Plenum Press, New York, p.401–414 (1973)

[ASG97] Asgari S., El-Dabaf E., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Strain hardening regimes and microstructural evolution during large strain compression of low stacking fault energy fcc alloys that form deformation twins, Metallurgical and Materials Transactions A, 28A, p.1781-1795 (1997)

[AZZ96] Azzaz M., Michel J.P., George A., Plastic deformation, extended stacking faults and deformation twinning in single crystalline indium phosphide doped in P, Philosophical Magazine A, 73, p. 601-624 (1996)

[BAU81] Bauschinger J., Ueber die Veranderung der Elasticitatagrenze und dea Elasticitatamoduls Verschiadener Metalle, Zivilingenieur, 27, p.289–348 (1881)

[BOU01] Bouaziz O., Guelton N., Modelling of TWIP effect on work-hardening, Materials Science and Engineering A, 319–321, p.246–249 (2001)

[BOU08] Bouaziz O., Chéhab B., Zurob H., Embury J.D., Contribution to an improved understanding of the effect of carbon in solid solution on the strain-hardening of advanced manganese TWIP steels, article à paraître

[BRA07] Bracke L., Deformation behaviour of austenitic Fe-Mn alloys by twinning and martensitic transformation, thèse, Univesité de Gent (2007)

[BRA07] Bracke L., Penning J., Akdut N., The Influence of Cr and N Additions on the Mechanical Properties of FeMnC Steels, Metallurgical and Materials Transactions A, 38A, p.520-528 (2007)

[BYU03] Byun T.S., On the stress dependence of partial dislocation separation and deformation microstructure in austenitic stainless steels, Acta Materialia, 51, p.3063-3071(2003)

[CHR95] Christian J.W., Mahajan S., Deformation twinning, Progress in Materials Scien*ce,* 39, p.1-157 (1995)

[CHU69] Chun J.S., Byrne J.G., Bornemann A., Inhibition of deformation twinning by precipitates in a magnesium-zinc alloy, Philosophical Magazine, 20, p.291-300 (1969)

[COH63] Cohen J.B., Weertman J., A Dislocation Model for Twinning in FCC Metals, Acta Metallurgica, 11, p.996-998 (1963)

[COL07a] Collet J. L., Bley F., Deschamps A., de Monestrol H., Berar J.F., Scott C., The deformation mechanisms of TWIP steels (Fe-Mn-C) viewed by X-ray diffraction, Solid State Phenomena, 130, p.53-56 (2007)

[COL07b] Collet J. L., Bley F., Deschamps A., Scott C., Study of the deformation mechanisms of TWIP steels (Fe-Mn-C) by X-Ray diffraction, Advanced Materials Research, 15-17, p.822-827(2007)

[COU99] Coupeau C., Tranchant F., Vergnol J. & Grilhé J., Atomic force microscopy of twin formation in low-stacking fault CuAl alloy, European Journal of Applied Physics, 6, p.1-6 (1999)

[DAS81] Dastur Y.N., Leslie W.C., Mechanism of work hardening in Hadfield manganese steel, Metallurgical and Materials Transactions A, 12, p.749-759 (1981)

[DUM08a] Dumay A., Amélioration des propriétés physiques et mécaniques d'aciers TWIP FeMnXC : influence de la solution solide, durcissement par précipitation et effet composite, thèse de l'INPL (2008)

[DUM08b] Dumay A., Chateau J.-P., Allain S., Migot S., Bouaziz O., Influence of addition elements on the stacking-fault energy and mechanical properties of an austenitic Fe–Mn–C steel Materials Science and Engineering A, 483-484, p.184-187 (2008)

[EDI75] Edington J.W., Pratical Electron Microscopy in Materials Science, monograph 2, Macmillan Philips Technical Library, Eindhoven, Pays-Bas (1975)

[ELD99] El-Danaf E., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in fcc metals, Metallurgical and Materials Transactions A, 30A, p.1223-1233 (1999)

[EDW53] Edwards E.H., Washburn J., Parker E.R., Strain hardening of latent slip system in zinc crystals, Trans. AIME, 197, p.1526 (1953)

[FAN08] Fanta A.B., Zaefferer S, Relationship between microstructure and texture evolutions during cold deformation of TWIP steels, Proceedings of the 15th international conference on textures of materials, ICOTOM 15, Pittsburgh, USA (2008)

[FAR93] Farenc S., Coujou A., Couret A., An in-sity study of twin propagation in TiAl, Philosophical magazine A, 67-1, p.127-142 (1993)

[FIS03] Fisher F.D., Schaden T., Appel F. & Clemens H., Mechanical twins, their development and growth, European Journal in Mechanics, 22, p.709-726 (2003)

[FRE06] Fréchard S., Martin F., Clément C., Cousty J., AFM and EBSD combined studies of plastic deformation in a duplex stainless steel, Materials Science and Engineering A, 418, p.312–319 (2006)

[FRI64] Friedel J., Dislocations, Pergamon Press Ltd., Oxford, Angleterre (1964)

[FUJ72] Fujita H, Ueda S., Stacking faults and fcc γ→ hcp ε transformation in 18/8-type stainless steel, Acta Metallurgica, 20, p. 759-767 (1972)

[FUL53] Fullman R.L., Measurement of particule sizes in opaque bodies, Transactions of the American institute of mining and metallurgical engineers, 197, p.447-452 (1953)

[HAM08] Hamdi F., Asgari S., Evaluation of the role of deformation twinning in work hardening behavior of Face-Centered-Cubic polycrystals, Metallurgical and materials transactions A, 39, p.294-303 (2008)

[HIR82] Hirth J.P., Lothe J., Theory of Dislocations, 2nd edition, John Wiley & Sons, New York, USA (1982)

[HUL61] Hull D., The initiation of slip at the tip of a deformation twin in α-iron, Acta Metallurgica, 9, p.191-204 (1961)

[JIN95] Jin Z. & Bieler T.R., An in-situ observation of mechanical twin nucleation and propagation in TiAl, Philisophical magazine A, 71-5, p.925-947 (1995).

[KAR00] Karaman I., Sehitoglu H., Beaudoin A. J., Chumlyakov Y. I., Maier H. J., Tome C. N., Modeling the deformation behavior of Hadfield steel single and polycrystals due to twinning and slip, Acta Materialia, 48, p.2031-2047 (2000)

[KAR01] Karaman I., Sehitoglu H. Chumlyakov Y.I., Maier H.J., Kireeva I.V., Extrinsic stacking fault and twinning in Hadfield manganese steel single crystals, Scripta Materialia, 44, p.337-343 (2001)

[KAR02] Karaman I., Sehitoglu H., Chumlyakov Y.I., Maier H.J., The deformation of low-stacking-fault-energy austenitic steels,. Journal of Metals, p.31-37 (2002)

[KIM89] Kim Y.G., Han J.M., Lee J.S., Composition and temperature dependence of tensile properties of austenitic Fe-Mn-Al-C alloys, Materials Science and Engineering A, 114, p.51-59 (1989)

[LEC72] Lecroisey F., Pineau A., Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system, Metallurgical Transactions A, 3, p.387-396 (1972)

[LEE07] Lee T.H., Oh C.S., Kim S.J., Takaki S., Deformation twinning in high-nitrogen austenitic stainless steel, Acta Materialia, 55, p.3649–3662 (2007)

[MAH73] Mahajan S, Chin GY., Twin-slip, twin-twin and slip-twin interactions in Co-8 wt.% Fe alloy single crystals Acta Metallurgica, 21-2, p.173-179 (1973)

[MAS02] Mason T.A., Bingert J.F., Kaschner G.C., Wright S.I., Larsen R.J., Advances in deformation twin characterization using electron back scattered diffraction data, Metallurgical and Materials Transactions A, 33-3, p.949-954 (2002)

[MEY01] Meyers M.A., Vöhringer O., Lubarda V.A., The onset of twinning in Metals: a constitutive description, Acta Materialia, 49, p.4025-4039 (2001)

[MOR80] Mori T., Fujita H., Dislocations reactions during deformation twinning in Cu11% Al single crystal, Acta Metallurgica, 28, p.771-776 (1980)

[MUL79] Mulford R.A., Kocks U.F., New observations on the mechanisms of dynamic strain aging and of jerky flow, Acta Metallalurgica, 27, p.1125-1134 (1979)

[OLS75] Olson G., Cohen M., Kinetics of strain induced martensitic nucleation, Metallurgical Transactions A, 6-4, p.791-795 (1975)

[PIC78] PICKERING F.B., Physical Metallurgy and design of steels, Applied Science Publishing, Grande-Bretagne (1978).

[PRO07] Proust G., Tomé C.N., Kaschner G., Modeling texture, twinning and hardening evolution during deformation of hexagonal materials, Acta Materialia, 55-6, p.2137-2148 (2007)

[RAN99] Randle V., Mechanism of twinning-induced grain boundary engineering in low stacking-fault energy materials, *Acta Materialia*. 47, p.41874196 (1999)

[REM75] Rémy L., Maclage et transformation martensitique CFC -> HC induite par déformation plastique dans les alliages austénitiques à basse énergie de défaut d'empilement des systèmes Co-Ni Cr-Mo Fe-Mn-Cr-C, thèse, Université Paris Sud (1975)

[REM78] Rémy L., Kinetics of f.c.c. deformation twinning and its relationship to stress-strain behaviour, Acta Metallurgica, 26, p.443-451 (1978)

[REM81] Rémy L., The interaction between slip and twinning systems and the influence of twinning on the mechanical behavior of fcc metals and alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, 12A, p.387-408 (1981)

[ROH01] Rohatgi A., Vecchio K.S., Gray G.T., The influence of stacking fault energy on the mechanical behavior of Cu and Cu-Al alloys: deformation twinning, work hardening, and dynamic recovery, Metallurgical and Materials Transactions A, 32A, p.135-145 (2001)

[ROS64] Rosenbaum H.S., Non-basal slip in hcp metals and its relation to mechanical twinning, Proceedings of a Metallurgical Society Conference, Gainesville, Floride, publié par Gordon and Breach Science, New-York, USA, p.43-76 (1964)

[SCH55] Schoeck G., Seeger A., Reports of the conference on defects in solids, Philosophical Society, Londres (1955).

[SCH72] Schumann V.H., Neue Hütte, 17, p.605-609 (1972)

[SHU92] Shun T.S., Wan C.M., Byrne J.G., A study of work hardening in austenitic Fe-Mn-C and Fe-Mn-Al-C alloys, Acta Metallurgica et Materialia, 40-12, p.3407-3412 (1992)

[SON95] Song S.G., Gray G.T., Influence of temperature and strain-rate on slip and twinning behavior of Zr, Philosophical Magazine A, 71, p.661-670 (1995)

[TAY38] Taylor G.I., Plastic strain in metals, Journal of the Institute of Metals, 62, p.307-324 (1938)

[TOM91] Tome N.C., Lebensohn R.A., Kocks U.F., Model for texture development dominated by deformation twinning. Acta Metallalurgica, 39, p. 2667 (1991)

[UEJ08] Ueji R., Tsuchida N., Terada D., Tsuji N., Tanaka Y., Takemura A., Kunishige K., Tensile properties and twinning behaviour of high manganese steel with fine-grained structure, Scripta Materialia, 59, p.963-966 (2008)

[VAN78] Van Houtte P., Simulation of the rolling and shear texture of brass by the Taylor theory adapted for mechanical twinning. Acta Metallalurgica, 26, p.591-604 (1978)

[VEN63] Venables J.A., Acta Metallurgica, 11 p.1368 (1963)

[VEN64a] Venables J.A., Deformation Twinning in fcc Metals, Deformation Twinning, Proceedings of a Metallurgical Society Conference, Gordon and Breach Science, New-York, USA, p.77-116 (1964)

[VEN64b] Venables J.A., Philosophical Magazine A, 30, p.1165-1169 (1974)

[VER04a] Vercammen S., Processing and tensile behavior of TWIP steels – microstructural and textural analysis, these, Université catholique de Louvin, Belgique (2004)

[VER04b] Vercammen S., Blanpain B., De Cooman B.C., Wollants P., Cold rolling behaviour of an austenitic Fe–30Mn–3Al–3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning, Acta Materialia, 52-7, p.2005-2012 (2004)

[WAN01] Wan J., Chen S., Hsu T.Y., The stability of transition phase in Fe-Mn-Si based alloys. Calphad, 25-3, p.355-362 (2001)

[WEE70] Weertman J., Weertman J.R., Théorie Elémentaire des Dislocations, Masson & Cie, Paris, France (1970)

[YAN06] Yang P., Xie P., Meng L., Ding H., Tang Z., Dependence of deformation twinning on grain orientation in a high manganese steel, Scripta Materialia, 55, p.629-631 (2006)

- Chapitre 2 -

Méthodes expérimentales

SOMMAIRE

INTRODUCTION 45

1. ESSAIS MECANIQUES 46

1.1. Essai de traction 46

1.2. Essai de cisaillement simple et réversible 46

1.3. Essais de déformation avec changements de trajet 48

1.4. Description du comportement mécanique 51

2. OUTILS DE CARACTERISATION MICROSTRUCTURALE 60

2.1. Mesure et analyse de la texture macroscopique 61

2.2. Analyse de la microstructure 67

2.3. Analyse des microstructures par M.E.T. 69

3. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 70

INTRODUCTION

La mise en forme industrielle d'un matériau comprend différents modes de déformations tels que la traction uni-axiale, le cisaillement ou encore la traction plane. L'étude expérimentale du comportement du matériau lors de la mise en forme passe la l'analyse individuelle de ces modes de déformation. La mise en œuvre d'un ensemble d'essais pertinents et représentatifs doit nous permettre une meilleure compréhension des états de déformations complexes rencontrés, de leurs conséquences sur la microstructure et le comportement mécanique du matériau et de leurs influences sur l'accommodation entre glissement plastique et maclage mécanique. Nous nous proposons dans ce chapitre de décrire l'ensemble des ces essais par complexité croissante, la traction uni-axiale étant le premier de nos essais. Les techniques d'investigations de la microstructure et de la texture qui ont été mises en œuvre sont aussi alors brièvement exposées.

1. Essais mécaniques

1.1. Essai de traction

Les éprouvettes de Traction Uni-axiale (TU) utilisées sont de type ISO 20x80. Les dimensions sont présentées sur la Figure 2.1. Les éprouvettes ont été découpées suivant deux directions principales de la tôle, la Direction de Laminage DL et la Direction Transverse DT. L'épaisseur de la tôle est de 1,3mm. La zone utile a été choisie très large afin de faciliter la mesure des figures de pôles par diffraction de rayons X.

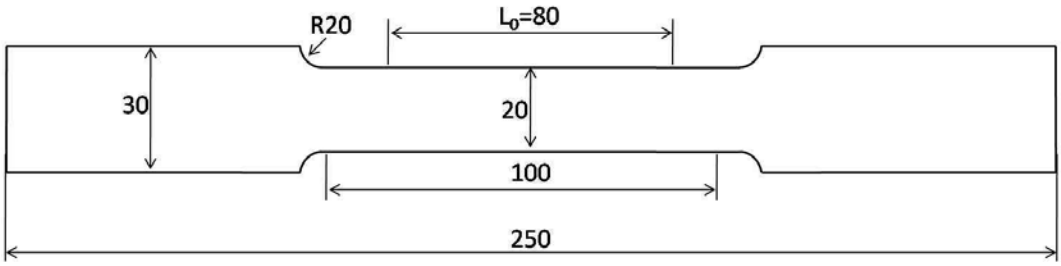


Figure 2.1 Dimension en mm de l'éprouvette de traction uni-axiale.

Les essais ont été réalisés sur une machine Zwick-Roell permettant un effort maximum de 100kN. La déformation a été mesurée avec une jauge d'extensométrique placée sur la zone utile. La vitesse d'essai a été choisie à $1.10^{-3}s^{-1}$, c'est-à-dire dans des conditions quasi-statiques, afin d'éviter tout échauffement de l'éprouvette.

1.2. Essai de cisaillement simple et réversible

Les essais de cisaillement ont été réalisés au département ArGEnCO de l'université de Liège sur un dispositif développé dans le cadre de la thèse de P.Flores [FLO05a][FLO05b][FLO05c]. La déformation de l'échantillon est assurée par deux vérins hydrauliques, un vertical et un horizontal (Figure 2.2). La vitesse d'essai est également quasi-statique, d'environ 9.10^{-4} s^{-1}.

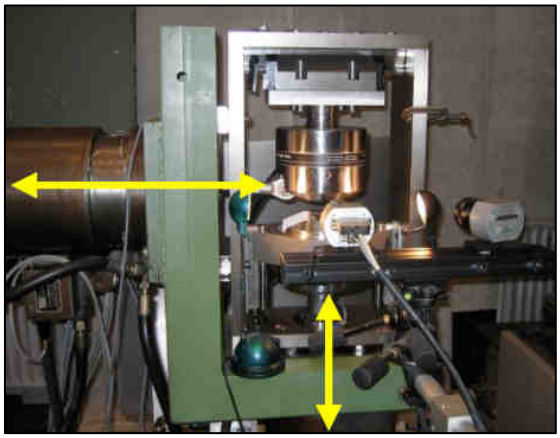


Figure 2.2 Dispositif de cisaillement [FLO05a].

Ce dispositif permet de réaliser des séquences de cisaillement simple et réversible grâce au vérin horizontal. De plus, ce système permet le test d'échantillons géométriquement très simples (Figure 2.3).

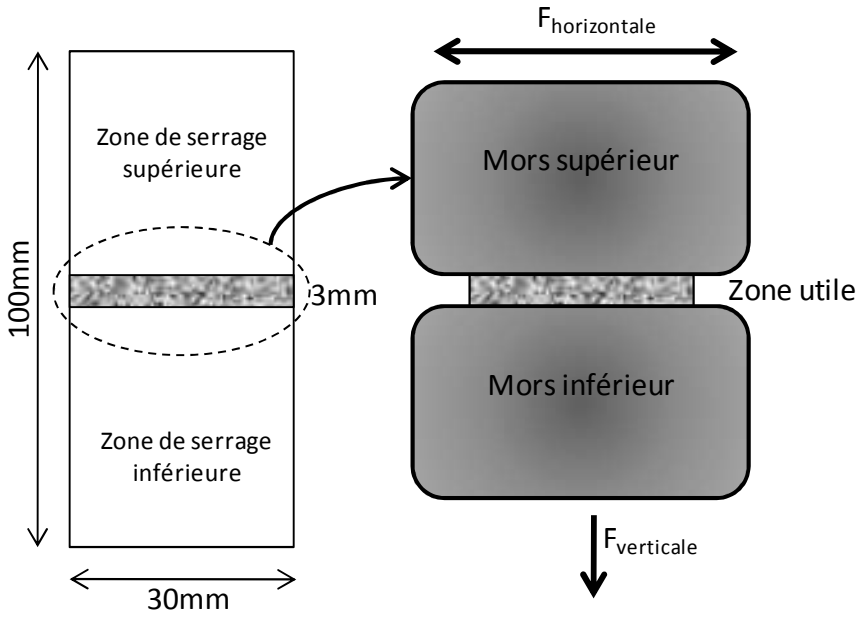


Figure 2.3 Géométrie de l'échantillon de cisaillement et zone de déformation.

La déformation de la zone utile est mesurée optiquement (système de mesure ARAMIS®). La déformation est déterminée par analyse d'images des variations d'un mouchetis à l'aide de 2 caméras. L'utilisation de 2 caméras permet de déterminer les variations tridimensionnelles et notamment la variation d'épaisseur de l'échantillon durant l'essai. Le principe de la séquence utilisée pour étudier l'effet Bauschinger du matériau et le champ de déformation correspondant est illustré Figure 2.4.

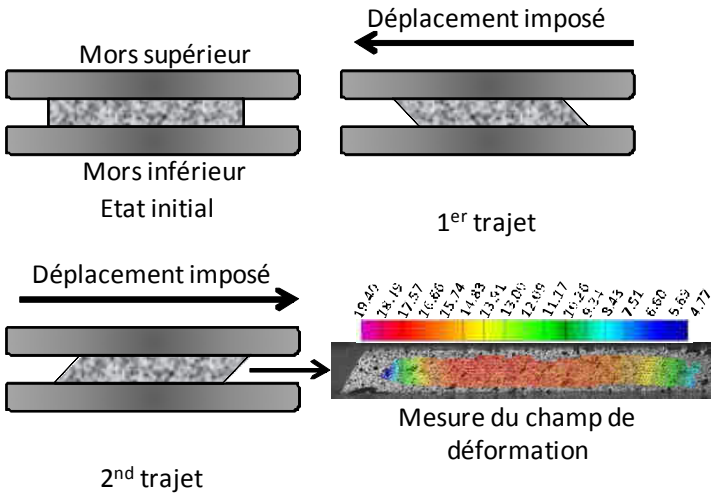


Figure 2.4 Séquence d'essai Bauschinger et champ de déformation associé.

1.3. Essais de déformation avec changements de trajet

Trois types d'essais additionnels ont été réalisés avec changement de trajet de déformation.

(i) Traction plane / cisaillement simple

Ces essais ont été effectués sur l'installation décrite précédemment suivant la séquence Figure 2.5.

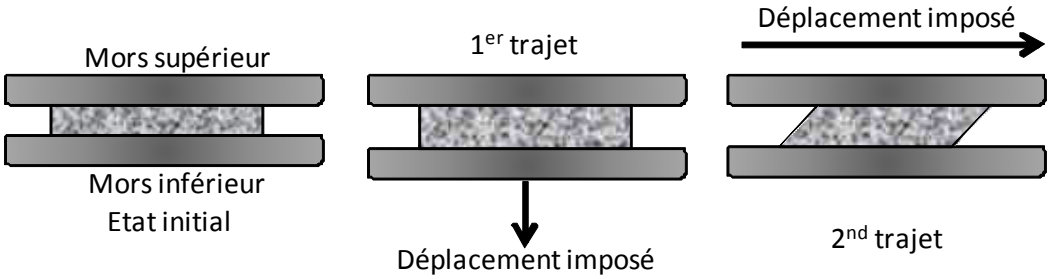
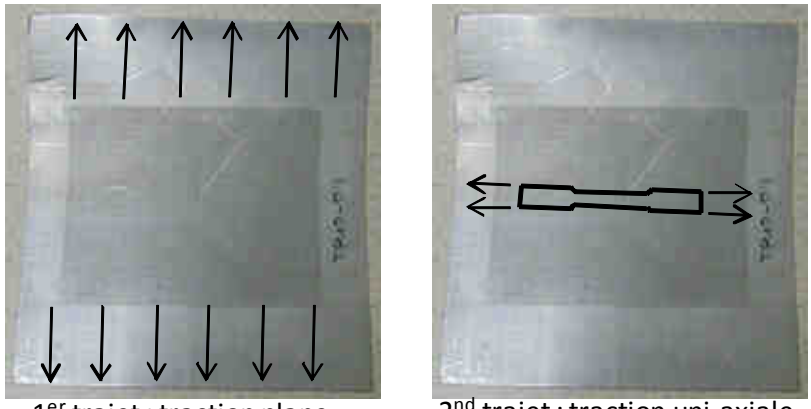


Figure 2.5 Séquence d'essais orthogonaux traction plane / cisaillement simple.

(ii) Traction large / traction uni-axiale

Le premier chargement est réalisé suivant DT, le second suivant DL. Les éprouvettes de traction uni-axiale sont prélevées dans des plaques ayant subies une traction large (Figure 2.6). Ce mode de déformation est proche de la traction uni-axiale. Les états de pré-déformation sont contrôlés par lecture d'une grille de déformation. Deux éprouvettes avec des états de pré-déformation différents ont été étudiées.



1er trajet : traction plane 2nd trajet : traction uni-axiale

Figure 2.6 Essai de traction large / traction uni-axiale.

(iii) Expansion equi-biaxiée / traction uni-axiale

Des éprouvettes de traction uni-axiale sont prélevées dans le fond d'un flan embouti (Figure 2.7). L'axe de sollicitation de l'éprouvette de traction correspond à DL. La déformation après expansion équi-biaxée est suivie par la déformation d'une grille préalablement déposée. Deux éprouvettes avec des états de pré-déformation différents ont été étudiées.

1er trajet : expansion equi-biaxiée 2nd trajet : traction uni-axiale

Figure 2.7 Essai d'expansion equi-biaxiée / traction uni-axiale.

La table 2.1 ci-dessous synthétise l'ensemble des essais qui ont été réalisés dans le cadre de ce travail.

Essai	Abréviation	Sens de la sollicitation		Taux de déformation	
		Chargement 1	Chargement 2	Chargement 1	Chargement 2
Traction uni-axiale	TU	DL	—	εv=0.02, 0.05, 0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5(rupture)	—
Traction uni-axiale	TU	DT	—	εv=0.1, 0.2, 0.3, 0.4, 0.5(rupture)	—
Cisaillement simple	CS	DL	—	ε12=0.05, 0.1, 0.15, 0.2, 0.3(rupture)	—
Cisaillement réversible	CR	DL	DL	ε12=0.05 ε12=0.05 ε12=0.09 ε12=0.1 ε12=0.1 ε12=0.15 ε12=0.18	ε12=-0.17 ε12=-0.25 ε12=-0.085 ε12=-0.125 ε12=-0.2 ε12=-0.1 ε12=-0.08
Traction plane	TP	DT	—	ε22=0.15	—
Traction plane / cisaillement simple	TP / CS	DT	DL	ε22=0.22	ε22=0.33
Traction large / traction uni-axiale	TP / TU	DT	DL	εv=0.04 εv=0.08	εv=0.37(rupture) εv=0.37(rupture)
Expansion equi-biaxée / traction uni-axiale	Exp / TU	—	DL	ε11=0.09 / ε22=0.06 ε11=0.17/ ε22=0.13	εv=0.35(rupture) εv=0.19 (rupture)

Table 2.1 Récapitulatif des essais mécaniques.

1.4. Description du comportement mécanique

1.4.1. Courbes contrainte / déformation

Les courbes de comportement en contrainte - déformation sont déterminées à partir des mesures de force et de déformation durant les différents essais.

Essai de traction uni-axiale

Pour l'essai de traction uni-axiale, la contrainte et la déformation nominales, ou conventionnelles, peuvent directement être déduites des mesures suivant respectivement les relations 2.1 et 2.2. Lors de l'essai de traction uni-axiale suivant DL (TUDL), on s'intéresse aux composantes σ_{11} et ε_{11} des tenseurs respectivement de contrainte et de déformation. Pour la traction uni-axiale DT (TUDT), on s'intéresse cette fois aux composantes σ_{22} et ε_{22}.

$$\sigma_N = \frac{F}{S_o} = \sigma_{11}^{TUDL} = \sigma_{22}^{TUDT} \qquad 2.1$$

$$\varepsilon_N = \frac{l - l_o}{l_o} = \frac{\Delta l}{l_o} = \varepsilon_{11}^{TUDL} = \varepsilon_{22}^{TUDT} \qquad 2.2$$

où F représente la force appliquée à la surface initiale de section S_0 de l'éprouvette, Δl l'allongement de l'extensomètre et l_0 la longueur initiale de l'éprouvette. L'allongement à rupture et la résistance mécanique correspondent aux valeurs relevées sur les courbes nominales. La détermination de la contrainte et de la déformation vraies tient compte de la variation de section de l'éprouvette durant l'essai. Leurs expressions respectives sont données par les relations 2.3 et 2.4.

$$\sigma_V = \frac{F}{S} = \frac{F.l}{S_o.l_o} = \sigma_N.(1+\varepsilon_N) \qquad 2.3$$

$$\varepsilon_V = \int_{l_o}^{l} \frac{\delta L}{L} = \ln\left(\frac{l}{l_o}\right) = \ln(1+\varepsilon_N) \qquad 2.4$$

Par la suite, nous utiliserons le coefficient d'écrouissage normalisé définie en 2.5:

$$n_n = \left(\frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}\right) \Big/ G_0 \qquad 2.5$$

La détermination de la fonction $f(\varepsilon)= \sigma$ représentative du domaine de déformation plastique de la courbe contrainte – déformation expérimentale a été effectuée par ajustement d'un polynôme d'ordre sept. Le recours à l'ajustement d'une fonction polynomiale est en effet nécessaire car le calcul de la courbe d'écrouissage à partir des données expérimentales brutes conduit à une courbe très bruitée (fluctuations des mesures

expérimentales). La plus grande attention sur le choix du polynôme a été portée afin de ne pas introduire d'artefact numérique (oscillation de la courbe pour les polynômes de plus haut degré par exemple) et de respecter l'évolution obtenue pour le calcul à partir des données expérimentales. Le module de cisaillement G_0 à température ambiante a été déterminé à partir de la relation 2.6.

$$G_0 = \frac{E}{2(1+\nu)} \qquad 2.6$$

Le module de Young E et le coefficient de Poisson ν sont déterminés expérimentalement à partir d'un essai de traction.

Essai de cisaillement

Dans le cas de l'essai de cisaillement, on s'intéresse aux composantes σ_{12} et ε_{12} des tenseurs respectivement de contrainte et de déformation (les essais sont réalisés suivant DL). La contrainte σ_{12} est alors donnée par la relation 2.7 :

$$\sigma_{12} = \frac{F_{horizontale}}{S} = \frac{F_{horizontale}}{l*(e_0 - e)} \qquad 2.7$$

La force F est mesurée sur le vérin horizontal. La section S tient compte de la variation d'épaisseur e. La déformation ε_{12} est déduite de la mesure de l'angle de cisaillement.

1.4.2. Calcul des contraintes et déformations équivalentes

Comme nous venons de le voir, les différents essais mécaniques traduisent des relations entre des composantes spécifiques des tenseurs de contrainte et de déformation. Le calcul des contraintes et des déformations permet de réaliser une comparaison entre chaque essai.

Pour l'essai de traction uni-axiale, la contrainte et la déformation vraies sont égales à la contrainte et déformation équivalentes.

$$\sigma_v^{TU} = \sigma_{equ}^{TU} \qquad 2.8$$

$$\varepsilon_v^{TU} = \varepsilon_{equ}^{TU} \qquad 2.9$$

Critère anisotrope de Hill48

Pour le calcul de la contrainte et de la déformation équivalente en cisaillement, nous avons fait le choix d'utiliser le critère anisotrope de Hill48 [HIL48]. Ce critère quadratique s'exprime dans le repère orthotrope (x ,y,z) par :

$$\sigma_{equ}^2 = F(\sigma_{yy} - \sigma_{zz})^2 + G(\sigma_{zz} - \sigma_{xx})^2 + H(\sigma_{xx} - \sigma_{yy})^2 + 2L\sigma_{yz}^2 + 2M\sigma_{zx}^2 + 2N\sigma_{xy}^2 \qquad 2.10$$

σ_{equ} est la contrainte équivalente au sens du critère de Hill48 et (F,G,H,L,M,N) sont les paramètres de Hill qui déterminent la forme de la surface de charge. Selon l'hypothèse de contraintes planes, consistant à négliger toutes les composantes du tenseur des contraintes hors plan de la tôle (σ_{zz}= σ_{xz}= σ_{yz}=0), le critère de Hill se réduit à l'expression suivante :

$$\sigma_{equ}^2 = (G+H)\sigma_{xx}^2 - 2H\sigma_{xx}\sigma_{yy} + (F+H)\sigma_{yy}^2 + 2N\sigma_{xy}^2 \qquad 2.11$$

Le nombre de paramètres qui déterminent le critère est réduit à quatre (F,G,H,N). La détermination de ces paramètres se fait à partir des coefficients de Lankford $r_{0°}$, $r_{45°}$ et $r_{90°}$ mesurés lors d'essais de traction uni-axiale effectués à 0°, 45° et 90° de la direction de laminage. Les paramètres de Hill sont alors définis suivant le système 2.12 :

$$\begin{cases} F = \dfrac{2r_{0°}}{r_{90°}(1+r_{0°})} & H = \dfrac{2r_{0°}}{1+r_{0°}} \\ N = \dfrac{(1+2r_{45°})(r_{0°}+r_{90°})}{2r_{90°}(1+r_{0°})} & G = \dfrac{2}{1+r_{0°}} \end{cases} \qquad 2.12$$

La définition de la déformation équivalente au sens du critère de Hill48 fait appel à la notion de travail plastique équivalent. Il s'agit de calculer la déformation équivalente ε_0^p permettant d'obtenir le travail plastique équivalent W_0^p d'un essai à l'autre. Ce principe est illustré sur la Figure 2.7.

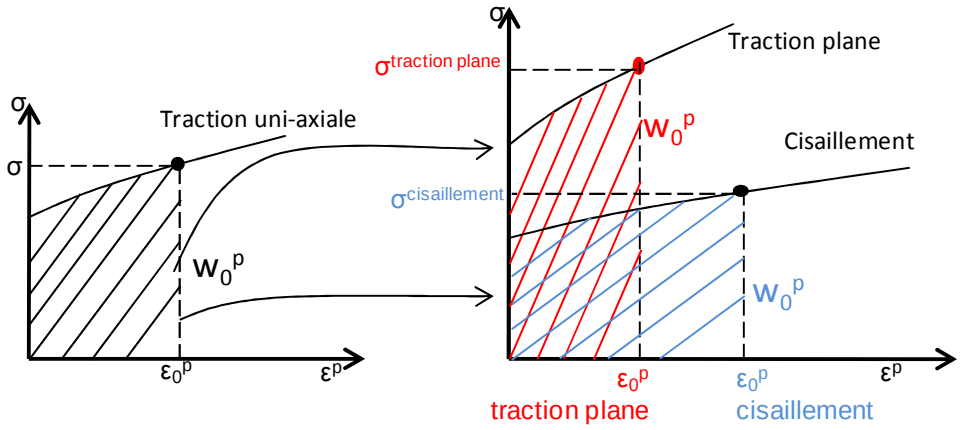


Figure 2.7 Travail plastique équivalent pour les différents essais.

Cas du cisaillement

Nous pouvons déduire de la relation 2.13 l'expression de la contrainte équivalente en cisaillement.

$$\sigma_{equ} = \sigma_{12}\sqrt{2N} = \sigma_{12}\sqrt{\frac{(1+2r_{45})(r_0+r_{90})}{r_{90}(1+r_0)}} \qquad 2.13$$

La définition du travail plastique équivalent nous permet d'écrire :

$$W_0^p = \sigma : \dot{\varepsilon} = 2\sigma_{12}.\dot{\varepsilon}_{12} = \sigma_{equ} : \dot{\varepsilon}_{equ} \qquad 2.14$$

On peut donc déterminer à partir des équations 2.13 et 2.14 l'expression du taux de déformation équivalent en cisaillement :

$$\dot{\varepsilon}_{equ} = \sqrt{\frac{2}{N}}\dot{\varepsilon}_{12} \qquad 2.15$$

Conséquemment, la déformation équivalente en cisaillement est obtenue à partir de la mesure de la déformation ε_{12} et des coefficients de Lankford suivant l'expression:

$$\varepsilon_{equ} = \sqrt{\frac{2r_{90}(1+r_0)}{(1+2r_{45})(r_0+r_{90})}}\varepsilon_{12} \qquad 2.16$$

Le coefficient d'écrouissage peut être exprimé plus généralement à partir de la contrainte et de la déformation équivalentes:

$$n = \left(\frac{d\sigma_{equ}}{d\varepsilon_{equ}}\right) \Big/ G_0 \qquad 2.17$$

1.4.3. Paramètre de changement de trajets et effet Bauschinger

Lors d'opérations de mise en forme des tôles (emboutissage, pliage…) le matériau subit un changement de trajet de déformation. Lors de l'emboutissage d'un godet (Figure 2.8, d'après [MON]), un élément de matière situé à la périphérie du flan subit d'abord un rétreint (déformation plane dans le plan (r,θ), avec $\varepsilon_{zz}= 0$) puis une traction plane (plan (r,z), $\varepsilon_{\theta\theta} = 0$). Ces changements de trajets de déformation ont des répercussions sur la contrainte d'écoulement du matériau. L'analyse des variations de la contrainte d'écoulement suivant le chemin de déformation se fait à partir de la combinaison d'essais simples et du paramètre α, introduit par Schmitt et al. [SCH94], permettant de quantifier l'amplitude du changement de trajet. Il s'agit d'un paramètre scalaire, défini par l'expression 2.18.

$$\alpha = \frac{\varepsilon_p : \varepsilon}{\sqrt{\varepsilon_p : \varepsilon_p}\sqrt{\varepsilon : \varepsilon}} \qquad 2.18$$

ε_p et ε définissent respectivement les tenseurs de déformation du premier et du second trajet. Le paramètre α possède plusieurs valeurs particulières, relatives au type de changement de trajet.

- $\alpha = -1$: trajet de type Bauschinger.

- $\alpha = -0.5$: changement de trajet à 90°.

- $\alpha = 0$: trajet de déformation dur.

Les études expérimentales sur les changements de trajets font intervenir des séquences de déformations telles que traction uni-axiale / traction uni-axiale (suivant deux axes de sollicitations distincts), traction uni-axiale / cisaillement [SCH94] ou cisaillement / cisaillement [BAC95]. Ce paramètre permet de décrire l'amplitude du changement de trajet et est associé au rapport de contraintes d'écoulement $R_\sigma = \frac{\sigma_{recharge}}{\sigma_{référence}}$. La Figure 2.9 donne l'évolution de ce rapport en fonction de α pour un acier doux, d'après [SCH94]. Il est généralement observé que R_σ est supérieur 1, et est d'autant plus élevé que le paramètre α est proche de 0 [BAC95][SCH94]. Cette augmentation de la contrainte lors du second trajet de déformation est généralement interprétée vis-à-vis de la microstructure de dislocations et en particulier de la résistance de l'obstacle représenté par les parois de dislocations.

La détermination des contraintes de référence et de recharge relatives au paramètre de Schmitt, respectivement $\sigma_{référence}$ et $\sigma_{recharge}$, est présentée Figure 2.10. La contrainte de référence est mesurée sur l'essai monotone, celle à la recharge sur le second trajet de déformation. Les deux contraintes ont été déterminées avec un décalage de 0.2% à l'origine.

Dans le cas particulier où α=-1, le rapport R_σ devient inférieur à 1. Le matériau est alors testé dans des conditions d'essais Bauschinger. Cet essai permet de quantifier les différentes composantes de l'écrouissage, *i.e.* isotrope et cinématique. L'influence de ces composantes est de première importance en mise en forme, notamment pour la prédiction du comportement, des propriétés en service et en crash. Myoung et al. [MYO05] ont montré que la prise en compte de l'écrouissage cinématique est nécessaire dans les codes de mise en forme pour obtenir des résultats de simulation fiable. Comme nous pouvons le constater sur la Figure 2.11, la prise en compte ou non de cette composante cinématique conduit à des différences importantes des états de contraintes et de la géométrie d'une pièce lors de la simulation d'un crash.

L'analyse détaillée de la nature de l'écrouissage de l'alliage Fe-22Mn-0.6C est donc nécessaire. Cette analyse se fait grâce à la réalisation d'essais de cisaillement réversibles, permettant la quantification de l'effet Bauschinger.

En mise en forme, les changements de trajets de déformation impliquent des mécanismes d'écrouissage complexes qui influent directement sur l'état local comme global du matériau. Un des effets de ce changement de trajet de déformation est l'effet Bauschinger. Bauschinger a observé qu'après avoir déformé du fer en traction, la limite d'élasticité était atteinte en compression pour une valeur inférieure à la limite d'élasticité en traction [BAU81]. Ce phénomène est l'exemple typique de l'anisotropie induite par écrouissage. Plus généralement, les essais réversibles (de cisaillement en l'occurrence dans le cas présent) nous permettent d'établir la nature précise de l'écrouissage, que l'on appelle écrouissage isotrope ou cinématique. La Figure 2.12 illustre l'effet de la nature de l'écrouissage sur la surface de charge initiale du matériau. Un écrouissage purement isotrope transforme la surface de charge initiale par homothétie par rapport à l'origine. Dans le cas d'un écrouissage purement cinématique, la surface de charge initiale subie une translation, sans rotation ni déformation. Le point de référence n'est pas conservé et est déplacé de la quantité σ_b, caractérisant l'écrouissage cinématique proprement dit. L'écrouissage d'un matériau est le résultat d'une combinaison de ces deux types de comportement. On parle alors d'écrouissage mixte.

Une manifestation directe de l'écrouissage cinématique est l'effet Bauschinger qui est définie par :

$$BE = 2\sigma_b \qquad 2.19$$

En décomposant la contrainte d'écoulement totale σ suivant l'expression 2.20 [LEM92], nous pouvons quantifier l'écrouissage isotrope et cinématique :

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_f + \sigma_b \qquad 2.20$$

(i) σ_0 représente la limite élastique initiale et est liée à la contrainte de friction de réseau

(ii) σ_f est liée à l'écrouissage isotrope. Ce terme sera noté R.

(iii) σ_b est lié à l'écrouissage cinématique, ou encore contrainte retour (« back-stress »). Ce terme sera noté X. Il est positif pour le trajet aller de déformation et négatif pour le trajet retour.

Ces deux grandeurs macroscopiques (écrouissage isotrope et cinématique) ont pour origine physique des mécanismes bien particuliers et différents. Tout d'abord, l'écrouissage isotrope est lié à l'écrouissage par les dislocations de la forêt statistiquement stockées ou géométriquement nécessaires. Son évolution au cours de la déformation est donc liée à celle de la densité de dislocations. L'écrouissage cinématique est lié pour sa part aux hétérogénéités microstructurales créant des champs de contraintes locaux. Plus généralement, il peut être admis que l'écrouissage cinématique est contrôlé par l'effet de 'taille de grain'. Le maclage, de par son effet Hall-Petch dynamique, réduit de manière continue avec la déformation la taille de grain. On peut alors s'attendre a un très fort impact du maclage sur l'écrouissage cinématique, que l'on quantifiera avec le plus grand soin.

La méthode de détermination géométrique de l'écrouissage cinématique X et isotrope R à partir des essais de cisaillement réversible est présentée sur la Figure 2.13. Dans le cas d'un écrouissage purement isotrope, la valeur absolue de la contrainte d'écoulement lors du second trajet est égale à la contrainte d'écoulement initiale σ_0^b.

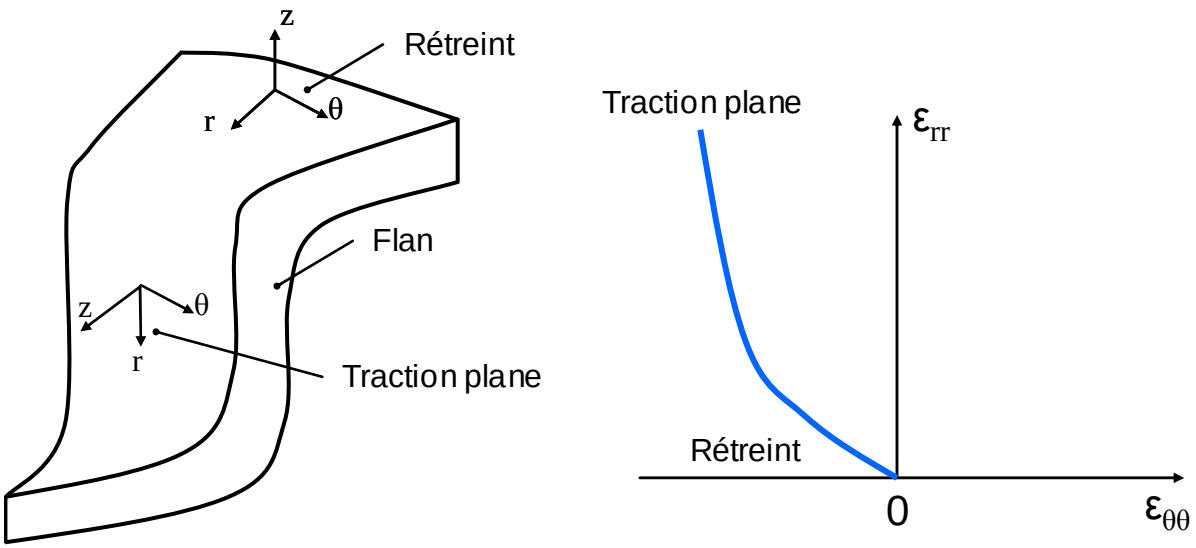


Figure 2.8 Schéma de l'emboutissage d'un godet et chemin de déformation d'un élément de matière sur l'embouti, d'après [MON].

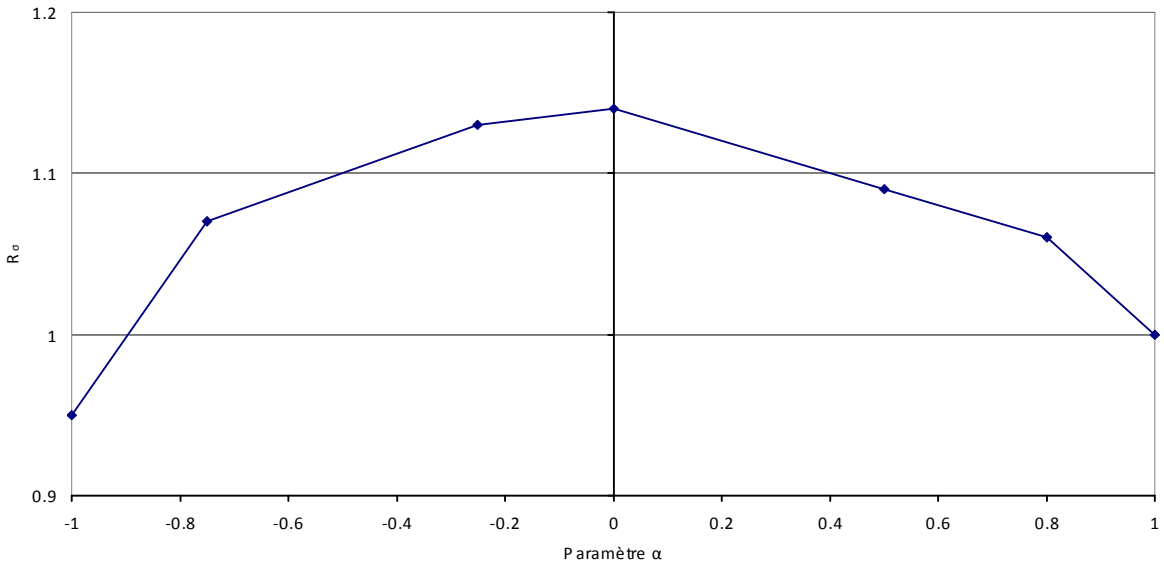


Figure 2.9 Evolution du rapport de contraintes $R_\sigma = \frac{\sigma_{recharge}}{\sigma_{référence}}$ *en fonction du paramètre α, d'après [SCH94].*

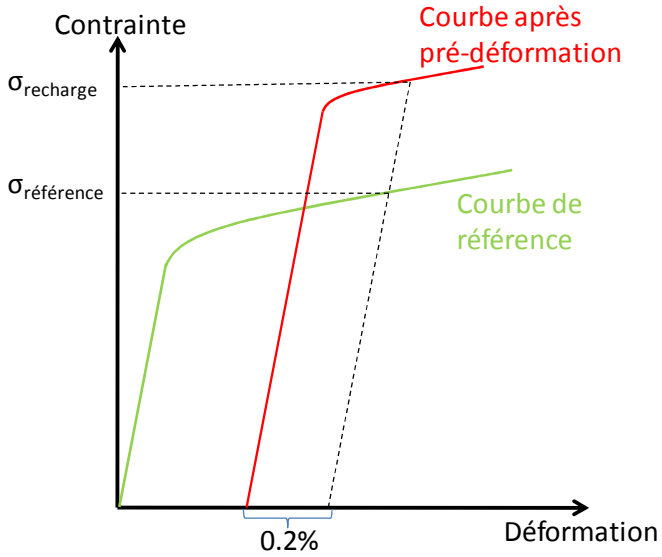


Figure 2.10 Détermination des contraintes d'écoulement de référence ($\sigma_{référence}$) et lors du second trajet de déformation ($\sigma_{recharge}$).

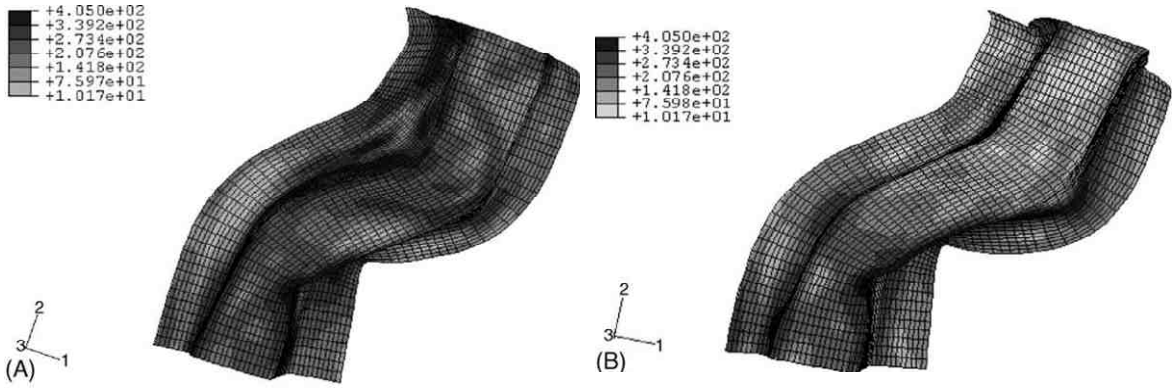


Figure 2.11 Simulation des états de contraintes suite à un crash sur une pièce de structure automobile. (A) Ecrouissage purement isotrope. (B) Ecrouissage isotrope et cinématique. D'après [MYO05].

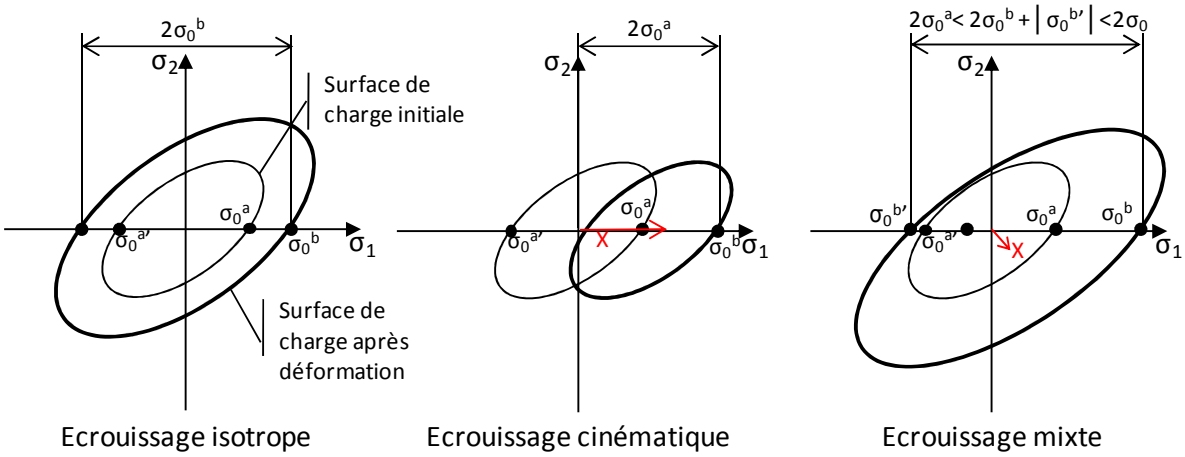


Figure 2.12 Evolution d'une surface de charge suivant la nature de l'écrouissage.

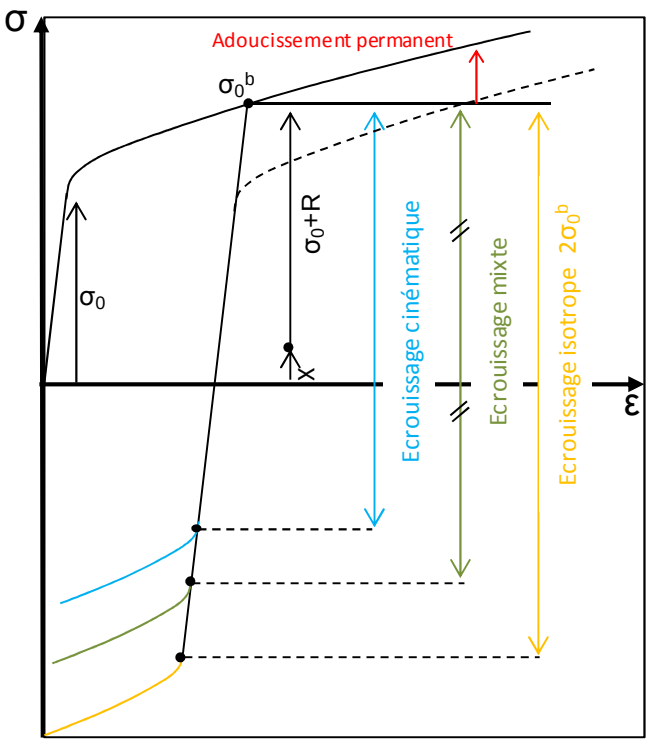


Figure 2.13 Détermination des paramètres d'écrouissage lors de l'essai de cisaillement réversible.

2. Outils de caractérisation microstructurale

Afin de caractériser les évolutions microstructurales relatives aux différents trajets de déformation, nous avons utilisé des outils de caractérisation adaptés aux différentes échelles d'investigation :

(i) à l'échelle macroscopique : la diffraction de rayons X (DRX) pour la mesure de la texture macroscopique,

(ii) à l'échelle mésoscopique : la microscopie électronique à balayage haute résolution (MEB FEG) couplée à la technique EBSD,

(iii) à l'échelle microscopique : la microscopie électronique à transmission (MET) couplée à la cartographie d'orientation locale.

2.1. Mesure et analyse de la texture macroscopique

Un matériau polycristallin est formé de grains dont les orientations par rapport au repère de l'échantillon ne sont pas quelconques mais liées au processus d'élaboration. La texture cristallographique du matériau décrit la distribution statistique de ces orientations Elle est caractérisée par la fonction de texture f(g), appelée Fonction de Distribution des Orientations (F.D.O.). Elle est à la fois une caractéristique fondamentale pour la compréhension des propriétés anisotropes du matériau, mais aussi un outil essentiel de l'analyse des mécanismes de déformation. Nous nous proposons ici de présenter la méthodologie utilisée pour la mesure et l'analyse de la texture cristallographique.

2.1.1. Acquisition de figures de pôles

Le goniomètre de texture permet de déterminer l'intensité $I_{hkl}(\vec{y})$ diffractée dans une direction macroscopique de l'échantillon et est défini par :

$$I^i_{hkl} = \frac{K}{2\mu_m} R^i_{hkl}.f^i.P^i_{hkl} + I_{BF} \qquad 2.21$$

K : constante dépendant de l'appareillage, de la longueur d'onde utilisée et de l'intensité du rayonnement,
μ_m : coefficient d'absorption linéique du matériau**,**
f^i : fraction volumique de la phase i,
R_{hkl} : coefficient de réflexion du plan du plan {hkl},
I_{BF} : intensité du bruit de fond.

Cette intensité est reliée à la densité des pôles, notée $P_{hkl}(\vec{y})$ qui correspond à la fraction volumique de cristaux dont les normales aux plans {hkl} sont parallèles à une direction macroscopique $\vec{y}$ liée à l'échantillon (relation 2.22).

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_{hkl}(\vec{y}).dy \qquad 2.22$$

La fonction de texture f(g) peut être déterminée à partir d'un nombre suffisant de figures de pôles. L'acquisition de ces figures de pôles a été réalisée sur un goniomètre de texture Siemens D5000 muni d'une anode de chrome (rayonnement $K_{\alpha 1}$ de longueur d'onde λ=0,229 nm), équipé d'un détecteur linéaire et muni d'un collimateur sphérique de diamètre 0.8 mm. Trois figures de pôles sont mesurables, correspondant aux raies de diffraction les plus intenses, suivant les conditions données dans la table 2.2. La méthode d'acquisition utilisée est celle de Schultz [SCH49], dans la géométrie de Bragg-Brentano. Les temps de

comptage ont été ajustés pour chaque plan cristallographique afin de tenir compte de leurs pouvoirs réflecteurs.

Plan {hkl}	{111}	{200}	{220}
2θ	67.06°	79.26°	127.82°
Pas de déclinaison	2.5°	2.5°	2.5°
Pas d'azimut	5°	5°	5°

Table 2.2 Conditions de mesures des différents plans cristallographiques (matériau fcc).

Ces conditions de mesures sont valables uniquement pour les échantillons de grandes dimensions et ne sont pas applicables aux échantillons de petite taille déformés sur le dispositif de cisaillement. En effet, la zone utile de ces échantillons mesure 3.5 mm de large. Avec la géométrie classique de mesure en Bragg-Brentano, lorsque l'on augmente l'angle de déclinaison, la surface interceptée par le faisceau incident sur l'échantillon augmente. Au-delà d'une certaine valeur de déclinaison, la surface interceptée devient supérieure à celle de la zone utile de mesure. Pour pallier à ce problème, nous avons mis en œuvre une méthode spécifique de mesure de figures de pôles sur ces échantillons de faible dimension permettant d'atteindre des angles de déclinaisons importants [BAR08]. Cette méthode combine deux géométries de mesure :

(i) Pour les faibles angles de déclinaison, les figures de pôles sont mesurées en géométrie de Bragg-Brentano,

(ii) Pour les forts angles de déclinaison, lorsque la taille de la tâche du faisceau incident est supérieure à celle de la zone utile, les figures de pôles sont alors mesurées en incidence constante. Cette géométrie, développée par Player [Play92] et Szpunar [SZP93] permet de limiter l'élargissement du faisceau.

Le détail de cette méthode est présentée en annexe A.

2.1.2. Détermination de la fonction de distribution des orientations (FDO)

La fonction de distribution des orientations f(g) est définie par l'expression 2.23. Elle indique la fraction volumique de cristallites dans une orientation g donnée à dg près.

$$\frac{dV}{V} = f(g)dg \qquad 2.23$$

Elle est normée à l'unité sur l'ensemble des orientations et est toujours positive ou nulle.

$$\int f(g)dg = 1 \text{ et } f(g) \geq 1 \qquad 2.24$$

avec dg égal à :

$$dg = \frac{1}{8\pi^2}\sin\Phi.d\varphi_1.d\Phi.d\varphi_2 \qquad 2.25$$

φ_1, Φ et φ_2 sont les angles d'Euler permettant de décrire l'orientation d'un cristal et définissant la rotation nécessaire au repère macroscopique (celui de l'échantillon) pour coïncider avec le repère cristallin (Figure 2.14). La convention utilisée est celle de Bunge [BUN82].

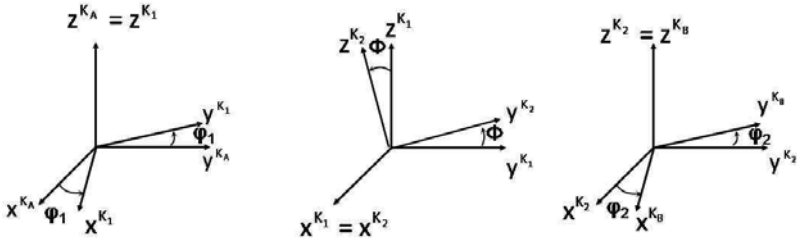


Figure 2.14 Définition des angles d'Euler d'après [BUN82].

La fonction de texture a été calculée à partir des figures de pôles expérimentales en utilisant la méthode harmonique. Dans cette méthode, la fonction de texture est développée en série sur la base de fonctions harmoniques sphériques généralisées [BUN65][WAG91] :

$$f(g) = \sum_{m=-l}^{l}\sum_{n=-l}^{l}\sum_{l=0}^{+\infty} C_l^{mn} T_l^{mn}(g) \text{ avec } l \in \mathbb{N} \text{ et } m, n \in \mathbb{Z} \qquad 2.26$$

Les coefficients C_l^{mn} sont les coefficients représentatifs de la texture. L'acuité de la texture est caractérisé par l'indice de texture IT défini par :

$$IT = \oint f(g)^2 dg = \sum_{l,m,n} \frac{l}{2l+1} \left| C_l^{mn} \right|^2 \qquad 2.27$$

Pour une texture parfaitement isotrope, cet indice est égal à 1. Nous suivrons son évolution au cours de la déformation pour les différents chargements mécaniques.

2.1.3. Orientations stables de déformation

La fonction de texture est généralement représentée par des sections à φ_1 ou φ_2 constant. Suivant la déformation imposée au polycristal, des orientations particulières tendent à se former. Nous les appellerons orientations stables de déformation.

Dans le cas d'un matériau fcc déformé en traction, les orientations stables se situent dans la coupe φ_2=45°. Ces orientations sont similaires à celles observées pour le laminage [BUN82][HIR88] et sont représentées sur la Figure 2.15 et listées dans la table 2.3.

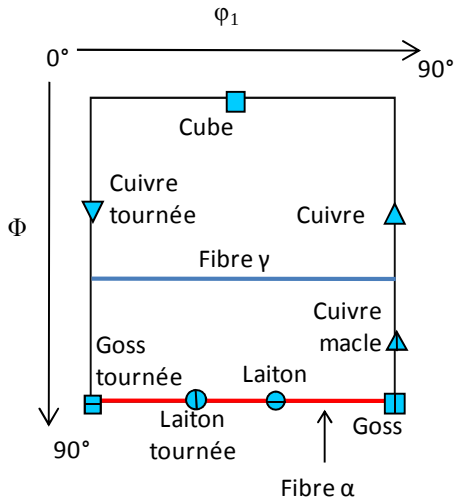


Figure 2.15 Orientations stables de déformation en traction dans la section φ_2=45°.

Symbole	Composante de texture	{hkl}<uvw>	Angles d'Euler
	Goss	{110}<001>	90°/90°/45°
	Cuivre	{112}<111>	90°/35.26°/45°
	Laiton	{110}<112>	55°/90°/45°
	Cuivre tournée	{112}<110>	0°/35.26°/45°
	Goss tournée	{110}<110>	0°/90°/45°
	Cube	{001}<100>	45°/0°/45°
	Laiton tournée	{110}<111>	35.26°/90°/45°
	Cuivre macle	{552}<115>	90°/74°/45°

Table 2.3 Orientations stables de déformation en traction.

Les orientations stables de déformation en cisaillement [TOT89][MON84] sont données Figure 2.16 et sont listées dans la table 2.4. Leur représentation utilise deux sections de la F.D.O, à φ_2=0° et à φ_2=45°. La projection stéréographique des pôles {111} correspondant à ces orientations est également présentée.

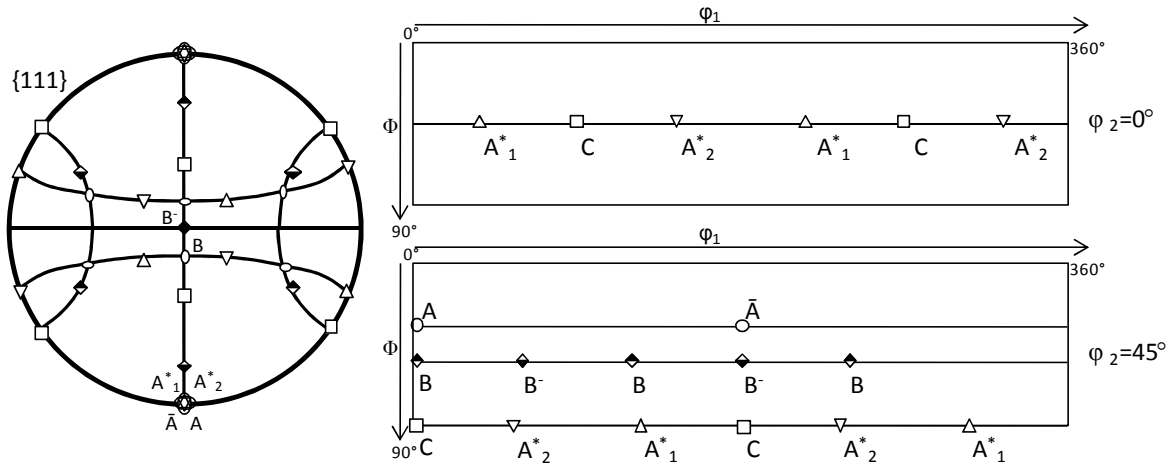


Figure 2.16 Orientations stables de déformation en cisaillement dans la figure de pôle {111} et dans les sections φ_2=0° φ_2=45°.

Orientation	Symbole	{hkl}<uvw>	Angles d'Euler		
A^*_1	△	{111}<112>	35.26/215.26 125.26	45 90	0 45
A^*_2	▽	{111}<112>	144.74 54.74/234.74	45 90	0 45
A	⬭	{111}<110>	0	35.26	45
$\bar{A}$	⬭	{111}<110>	180	35.26	45
B	◆	{112}<110>	0/120/240	54.74	45
$\bar{B}$	◆	{112}<110>	60/180	54.74	45
C	□	{001}<110>	90/270 0/180	45 90	0 45

Table 2.4 Orientation stables de déformation en cisaillement.

2.1.4. Facteur d'orientation

Pour traduire la relation entre les mécanismes de déformation supposés actifs et l'orientation des grains, le facteur d'orientation (ou facteur de Schmid) maximal pour le glissement et le maclage a été calculé pour chaque composante de texture. Ce facteur ne prend pas en compte l'effet des contraintes locales et ne traduit pas les cissions critiques des deux modes de déformations. Elle ne permet que de juger du rôle de l'orientation sur le mode de déformation.

Le facteur d'orientation est obtenu à partir du calcul des tenseurs $R_{ij}^{(g)}$ et $R_{ij}^{(tw)}$ (indice g : glissement ; tw : maclage) calculés pour les 24 systèmes de glissement {111}<110>et de maclage {111}<112> suivant l'expression 2.28 :

$$R_{ij}^{(g,tw)} = \frac{1}{2}\left(m_i^{(g,tw)} n_j^{(g,tw)} + m_j^{(g,tw)} n_i^{(g,tw)}\right) \qquad 2.28$$

2.2. Analyse de la microstructure

2.2.1. Préparation des échantillons

La préparation des échantillons est une étape très importante dans l'analyse des microstructures et en conditionne la qualité. Chaque technique d'observation a fait l'objet d'une préparation bien particulière :

(i) Pour l'E.B.S.D, les échantillons sont polis mécaniquement sur du papier abrasif (Struers, granulométrie 4000) puis avec une solution à base de silice colloïdale (OPS). Pour les états de déformation avancés (*i.e.* pour une déformation équivalente supérieure à 30%), les clichés de Kikuchi devenant de très mauvaise qualité, nous avons effectué un traitement de surface additionnel à l'aide d'un amincisseur ionique Baltech RES 010. Grâce à l'utilisation de ce dispositif, prévu initialement pour réaliser des lames minces, nous avons pu nettement améliorer la qualité d'analyse sur les échantillons fortement déformés.

(ii) Pour le M.E.T, les échantillons ont tout d'abord été amincis chimiquement puis polis mécaniquement jusqu'à une épaisseur d'environ 60µm. Enfin, un polissage électrolytique permettant le perçage de la lame mince a été effectué avec une solution à 5 vol% d'acide perchlorique et 95% acide acétique sous une tension de 30V.

2.2.2. Cartographies d'orientations par E.B.S.D.

La technique E.B.S.D. (Electron Back-Scattered Diffraction) permet d'obtenir les orientations cristallographiques des grains dans un matériau, connaissant leur structure cristallographique. Le principe de la mesure consiste à focaliser un faisceau d'électrons stationnaires sur un grain dont on désire déterminer l'orientation [SCH93]. Les électrons rétrodiffusés au sein de la matière, qui sont en incidence de Bragg par rapport aux plans cristallins du grain, sont diffractés donnant ainsi naissance à deux cônes de diffraction d'angle au sommet (π-2θ), appelés cônes de Kossel. L'intersection de ces cônes de Kossel, avec un dispositif de détection tel qu'un écran phosphorescent, forme un diagramme de Kikuchi (Figure 2.17a). Les angles de diffraction étant petits pour un faisceau d'électrons très énergétiques, les deux hyperboles apparaissent comme deux lignes parallèles. L'indexation cohérente de l'ensemble des bandes de Kikuchi, en respectant les angles entre les plans et en déterminant leurs axes de zone, permet de déterminer l'orientation du grain par rapport à un repère lié à l'échantillon.

Dans la pratique, l'échantillon est placé dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB) et est incliné de telle sorte que l'angle formé par la normale de l'échantillon et le

faisceau d'électrons incidents soit de 70° (Figure 2.17b). Le dispositif comprend un écran phosphorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment le diagramme. Une caméra, reliée à un ordinateur, assure l'enregistrement du diagramme. Un logiciel d'indexation automatique des bandes de Kikuchi détermine la structure cristallographique et l'orientation du grain étudié, à partir d'un fichier de données cristallographiques des phases.

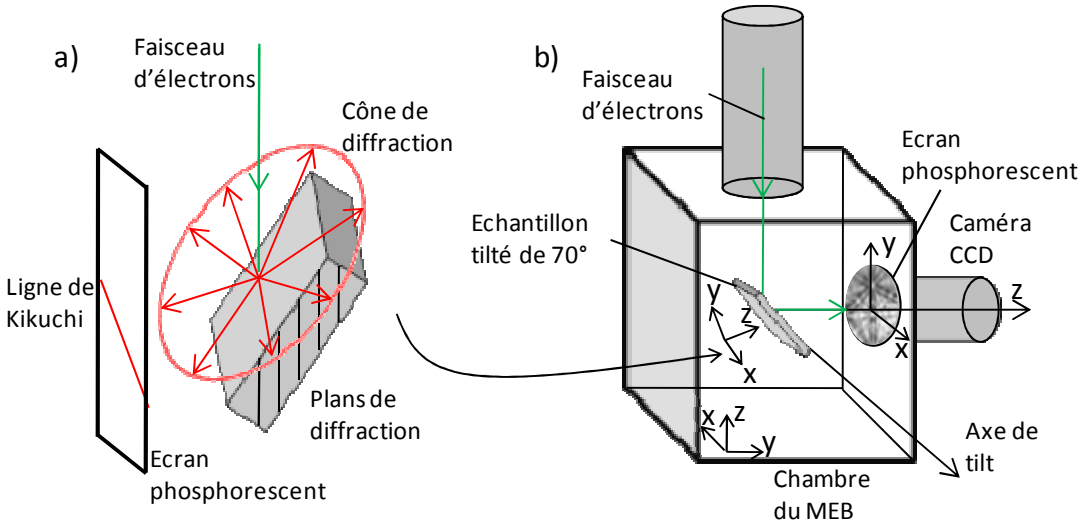


Figure 2.17 Dispositif expérimental d'E.B.S.D.

Une des applications de la technique E.B.S.D est la détermination de la distribution spatiale des orientations de l'échantillon en corrélation avec la microstructure. Dans ce cas, le système EBSD est utilisé en mode 'cartographie' dans lequel le faisceau d'électrons est dirigé sur la surface à analyser suivant une grille prédéfinie. En chaque nœud de la grille, le système procède à l'acquisition et à l'indexation du diagramme de Kikuchi. Le fichier de données contient alors pour chaque point analysé :

(i) les coordonnées du point
(ii) la nature de la phase détectée
(iii) l'orientation correspondante
(iv) l'indice de qualité (IQ) du diagramme de Kikuchi.

Les mesures ont été réalisées sur un MEB JEOL 6005F équipé d'un canon à effet de champ avec le système EBSD 'Channel – HKL Technology' en utilisant des pas de déplacement de 70 à 20nm. Dans le cadre ce cette étude, ce système a permis de révéler la microstructure de maclage et son évolution en fonction de la déformation, ainsi que d'analyser la microtexture en relation avec les mécanismes de déformations locaux.

2.3. Analyse des microstructures par M.E.T.

Pour bénéficier d'une meilleure résolution spatiale, la microstructure a été analysée à l'aide d'un M.E.T. FEI CM 200 TEM. Dans les premiers stades de déformation, les macles sont très difficilement analysables par EBSD. Le MET permet de les observer et de les identifier très clairement à l'aide des diagrammes de points. De plus, nous pouvons identifier les dislocations en présence ainsi que leur répartition dans la microstructure (empilements aux joints de grains et macles). Les conditions d'observation de la microstructure sont standard et les images ont été prises en champ sombre.

Des cartographies d'orientations ont été réalisées à partir d'une méthode spécifique développée au LETAM [FUN02][FUN03][MOR02]. Le principe de cette méthode repose sur l'acquisition de clichés de Kikuchi sur une grille prédéfinie grâce au pilotage du faisceau du microscope. Une fois enregistrés, ces clichés sont ensuite traités pour indexation. Le schéma de principe est présenté Figure 2.18. Cette technique permet l'acquisition de cartographies à une échelle très locale avec une résolution angulaire inférieure à 0.1°. Il est ainsi possible de révéler d'une manière très précise la répartition des désorientations aux joints de grains et de macles. Les cartographies ainsi déterminées nous permettent d'étudier la composition du glissement plastique et du maclage lors de la déformation et de leur interaction.

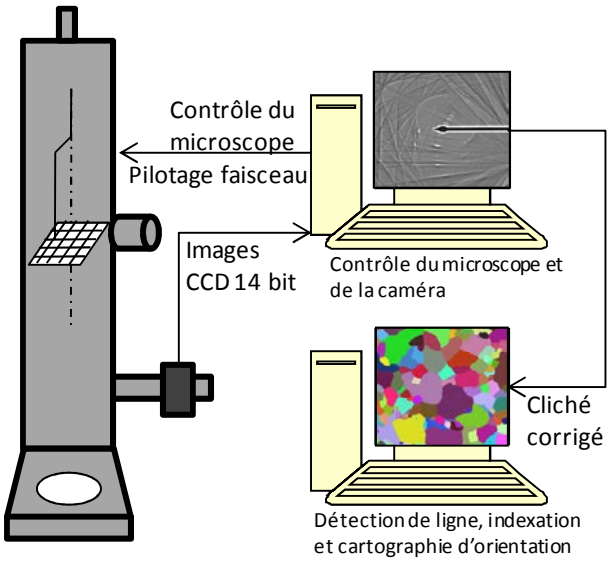


Figure 2.18 Principe d'acquisition des cartographies d'orientation sur MET.

3. Références bibliographiques

[BAC95] BACROIX B., HU Z., Texture evolution induced by strain path changes in low carbon steel sheets, Metallurgical and materials transactions A, 26, p.601-613 (1995)

[BAR08] Barbier D., Bolle B., Fundenberger J.J., Laruelle C., Tidu A., Combination of two X-ray diffraction settings for determining the texture of small sheared samples, Proceeding of ICOTOM 15

[BAU81] Bauschinger J., Ueber die Veranderung der Elasticitatagrenze und dea Elasticitatamoduls Verschiadener Metalle, Zivilingenieur, 27, p.289–348 (1881)

[BUN65] Bunge H.J., Zeitschrift für Metallkunde, 56, 872 (1965).

[BUN82] Bunge H.J., Texture analysis in material science. Butterworth Publ. London. (1982)

[FLO05a] Flores P., Development of experimental equipment and identification procedures for sheet metal constitutive laws, Ph.D. thesis, Université de Liège (2005)

[FLO05b] Flores P., Rondia E., Habraken A.M., Development of an experimental equipment for the identification of constitutive laws, International Journal of Forming Processes (Special Issue), p.117–137 (2005)

[FLO05c] Flores P., Moureaux P., Habraken A.M., Material identification using a bi-axial test machine, Advances in Experimental Mechanics IV, 3–4, p.91–97 (2005)

[FUN02] Fundenberger J.J., Morawiec A., Bouzy E., Lecomte J.S., Polycrystal orientation maps from TEM, Ultramicroscopy, 96, p.127-137 (2002)

[FUN03] Fundenberger J.J., Morawiec A., Bouzy E., Lecomte J.S., System for creating orientation maps using TEM, Materials Chemistry and Physics, 81, p.535-537 (2003)

[HIL48] Hill R., A theory of the yielding and plastic flow of anisotropic metals, Proceeding of the Royal Society of London, A193, p.281-297 (1948)

[HIR88] Hirsch J., Lücke K, Mechanism of deformation and development of rolling textures in polycrystalline f.c.c. metals, Acta Metallurgica, 36-11, p.2863-2904 (1988)

[LEM92] Lemaitre J., Chaboche J.L., Mécanique des matériaux solides, Dunod (1992)

[MON84] Montheillet F., Cohen M., JONAS J.J., Axial stresses and texture development during the torsion of Al, Cu and Alpha-Fe, Acta Metallurgica, 32-11, p.2077-2089 (1984)

[MOR02] Morawiec A., Fundenberger J.J., Bouzy E., Lecomte J.S., EP-a program for determination of crystallite orientations from TEM Kikuchi and CBED diffraction patterns, Journal of Applied Crystallography, 35, p.287 (2002)

[MON] Montheillet F., Métallurgie en mise en forme, Techniques de l'Ingénieur, traité Matériaux métalliques, M600

[MYO05] Myoung-Gyu L., Chung-Souk H., Kwansoo C., Jae R. Y., Tae J. K., Influence of back stresses in parts forming on crashworthiness, Journal of Materials Processing Technology, 168-1, p.49-55 (2005)

[PLA92] Player M. A., Marr G. V., Gu E., Savaloni H., Öncan N., Munro I.H., Preferred orientation in erbium thin films using synchrotron radiation, Journal of Applied Crystallography, 25, pp. 770-777 (1992)

[SCH49] Schulz L.G., A direct method of determining preferred orientation of a flat reflection sample using a Geiger counter X-ray spectrometer, Journal of Applied Physics, 20, p.1030-1033 (1949

[SCH93] Schwarzer R.A., Texture and microstructure, 20, 7, (1993).

[SCH94] Schmitt J.H., Shen E.L., Raphanel J.L., A parameter for measuring the magnitude of a change of strain path: validation and comparison with experiments on low carbon steel, International Journal of Plasticity, 10-5, p.535-551 (1994)

[SZP93] Szpunar J.A., Ahlroos S., Tavernier E., Method of measurement and analysis of texture in thin films, Journal of Materials Science, 28, p.2366-2376 (1993)

[TOT89] Tóth L.S. Neale K.W., Jonas J.J., Stress response and persistence characteristic of the ideal orientations of shear textures, Acta Metallurgica., 37-8, p.2197-2211 (1989)

[WAG91] Wagner F., Humbert M., Muller J., Esling C., Determination of complete ODFS under assumption of a minimal value, Textures and Microstructures, 14,1-2, (1991)

- Chapitre 3 -

Etude du comportement en traction
Influence des évolutions de microstructure/texture sur l'écrouissage

SOMMAIRE

INTRODUCTION 75

1. COMPORTEMENT EN TRACTION DE L'ACIER TWIP FE-22MN-0.6C 76

1.1. Caractéristiques du matériau à l'état initial 76

1.2. Comportement en traction de la nuance à petits grains 76

1.3. Influence de la texture initiale sur le comportement en traction 78

1.4. Influence de la taille de grains sur le comportement en traction 79

2. ETUDE DES EVOLUTIONS MICROSTRUCTURALES EN TRACTION DT 81

2.1. Mise en place de la microstructure de maclage : stades d'écrouissage A et B 83

2.2. Principales évolutions microstructurales lors des stades d'écrouissage C - D 88

2.3. Microstructure de maclage lors du stade d'écrouissage E jusqu'à rupture 93

2.4. Discussion : Influence des évolutions microstructurales sur l'écrouissage 94

3. INFLUENCE RECIPROQUE DE LA TEXTURE DE DEFORMATION ET DU MACLAGE 97

3.1. Influence de la texture sur l'activation du maclage 97

3.2. Contribution des orientations maclées à la texture macroscopique 99

3.3. Proposition d'une méthode pour l'estimation de la fraction volumique de macles 100

4. INFLUENCE DE LA MICROSTRUCTURE INITIALE SUR LA REPONSE EN TRACTION UNI-AXIALE 103

4.1. Influence de la direction de traction 103

4.2. Influence de la taille de grain 111

5. CONCLUSION 117

6. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 119

INTRODUCTION

Dans ce chapitre consacré aux résultats expérimentaux, nous étudions en détail le comportement de l'acier Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP lors d'une sollicitation simple : la traction uni-axiale. Ce chapitre a pour objectif d'analyser de manière approfondie le comportement mécanique en traction, et plus particulièrement l'écrouissage, en relation avec les évolutions de texture et de microstructure.

Dans une première partie, le comportement mécanique du matériau est examiné en fonction de deux paramètres reconnus pour influencer l'évolution de la microstructure : l'orientation de l'axe de sollicitation et la taille de grain. L'influence de ces paramètres sur l'évolution de l'écrouissage normalisé est analysée, en soulignant les différences de comportement.

L'évolution de l'écrouissage du matériau sollicité suivant l'axe de traction DT est tout d'abord analysée en détail, conjointement aux évolutions microstructurales. La texture de déformation a été déterminée par diffraction de rayons X. L'étude des évolutions de microstructure est réalisée à deux échelles : l'échelle microscopique par MET et mésoscopique par MEB-FEG associé à l'EBSD. Ces observations microstructurales ciblées nous permettent également de spécifier l'effet du maclage sur la formation de la texture macroscopique et de proposer une méthode d'évaluation de la fraction de macles.

A partir de ces premiers résultats, nous avons tenté d'expliquer les différences de comportement observées suivant la direction de sollicitation et de la taille de grain en relation avec les évolutions microstructurales.

1. Comportement en traction de l'acier TWIP Fe-22Mn-0.6C

1.1. Caractéristiques du matériau à l'état initial

La nuance étudiée est composée de 22% de manganèse et de 0.6% de carbone (% massique) sans micro-alliage. La haute teneur en manganèse permet de stabiliser la phase austénitique à température ambiante et d'obtenir une énergie de faute d'empilement faible de 20mJ.m^{-2} [ALL04b].

Les brames issues de la coulée continue ont été laminées à chaud jusqu'à une épaisseur de 3mm, puis laminées à froid pour obtenir une épaisseur finale de 1.3mm. Différents traitements thermiques de recristallisation et de restauration ont ensuite été réalisés pour obtenir des tôles 100% austénitique avec des tailles moyennes de grains variant de 2.6 à 20µm.

La plus grande partie de ce travail se focalise sur le matériau dit 'industriel' à petits grains, dont la taille moyenne est de 2.6µm. A l'état initial, cette nuance présente néanmoins une forte dispersion de la taille de grains avec des tailles de grains extrémales de 0.5~1µm et 15µm. La texture initiale est très peu prononcée ; l'indice de texture est de 1.3. L'analyse de la FDO nous révèle la présence de faibles densités autour des orientations cuivre {112}<111>, Goss {110}<001> et laiton {110}<112>. Seul 18% du matériau a des orientations autour de ces composantes. De plus, le matériau ne présente pas de gradient de texture dans l'épaisseur. Des détails concernant la caractérisation de la microstructure à l'état initial sont donnés dans l'annexe B (texture, cartographie EBSD et distribution de taille de grains).

1.2. Comportement en traction de la nuance à petits grains

La figure 3.1a présente la courbe de traction pour l'acier TWIP à petits grains. La direction de traction est parallèle à la direction transverse (DT) de la tôle. Cet acier possède d'excellentes propriétés mécaniques, se manifestant par un allongement à rupture supérieur à 60% et une résistance mécanique supérieure à 1000MPa (Figure 3.1a). Les principales caractéristiques mécaniques en traction DT sont données dans la table 3.1.

E	Rm	Limite élastique	Rp0.2%	Allongement à rupture	Coefficient de Poisson ν	Module de cisaillement G_0
165000 MPa	1061 MPa	270 MPa	390 MPa	70%	0.32	62GPa

Table 3.1 Caractéristiques mécaniques en traction DT de la nuance à petits grains.

La Figure 3.1b présente les courbes de traction en contrainte et déformation vraies. Les décrochements que l'on observe sur les courbes de traction traduisent une instabilité de

la déformation plastique résultant du phénomène de vieillissement dynamique. Ces instabilités empêchent le calcul du coefficient d'écrouissage normalisé au-delà d'un taux de déformation vraie de 0.4.

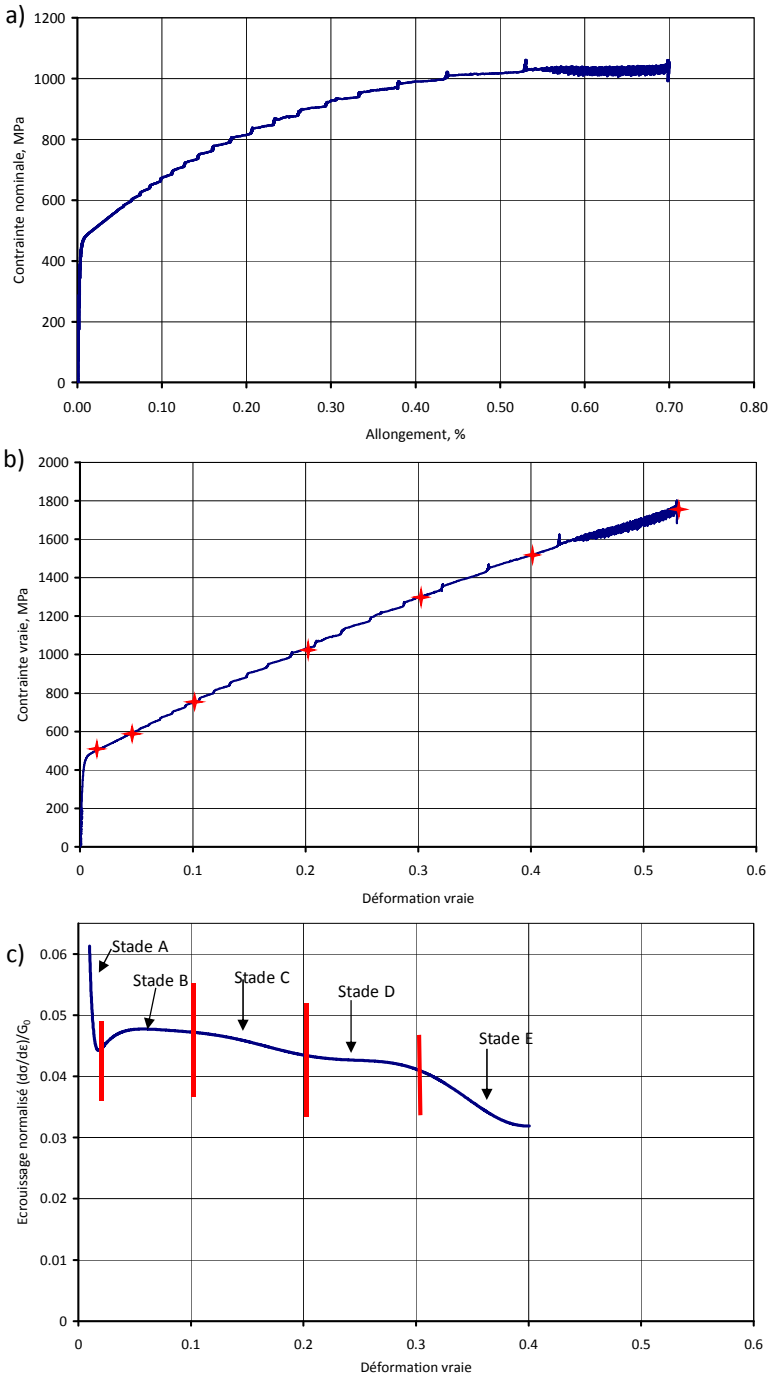


Figure.3.1 Comportement en traction DT- nuance à petits grains. (a) Courbe de traction rationnelle. (b) Courbe de traction en contrainte-déformation vraie. (c) Evolution de l'écrouissage normalisé.

Le coefficient d'écrouissage normalisé par le module de cisaillement à température ambiante G_0 traduit la valeur d'écrouissage (voir chapitre 2 pour plus détails). Son évolution avec la déformation vraie est présentée Figure 3.1c. Le coefficient d'écrouissage est maintenu à un degré très élevé durant toute la déformation, supérieur à 0.04 G_0 jusqu'à une déformation vraie de 0.3, et évolue suivant différents stades. Après une chute prononcée jusqu'à 0.02 de déformation vraie (stade A), l'écrouissage augmente pour atteindre un stade constant jusqu'à 0.1 de déformation vraie (stade B) pour ensuite décroître très légèrement (stade C). Entre 0.2 et 0.3 de déformation vraie, l'écrouissage est maintenu à un niveau élevé (stade D). Finalement, au-delà d'une déformation vraie de 0.3, l'écrouissage chute (stade E) jusqu'à la rupture de l'éprouvette.

Le maintien de l'écrouissage à un niveau élevé jusqu'à un taux de déformation important (ε_v=0.3) repousse ainsi la striction de l'éprouvette. Il en résulte une résistance mécanique élevée et une ductilité très importante.

1.3. Influence de la texture initiale sur le comportement en traction

La texture de l'acier à l'état initial est peu marquée (voir annexe B). Cependant les densités d'orientations autour de la direction de laminage (DL) et de la direction transverse (DT) diffèrent légèrement. De ce fait pour évaluer l'influence de la texture initiale sur le comportement mécanique l'acier a été déformé en traction suivant l'axe DT et DL.

La Figure 3.2 compare le comportement en traction DL et DT. Les courbes de contrainte – déformation pour les deux essais sont très proches. Jusqu'à 0.1 de déformation vraie, la contrainte d'écoulement est très légèrement supérieure pour l'essai de traction suivant DT. Mais à partir de ce point, la tendance s'inverse conduisant à une contrainte légèrement plus élevée dans le cas de la traction DL. Les allongements et contraintes à rupture sont néanmoins très proches pour les deux essais.

L'évolution de l'écrouissage avec la déformation vraie présente également de légères différences en fonction de la direction de sollicitation. Le coefficient d'écrouissage est plus élevé en début de déformation pour la traction DL, jusqu'à environ 0.3 de déformation vraie. Les niveaux d'écrouissage sont ensuite très proches. Par ailleurs, la transition d'un stade à un autre intervient pour des niveaux de déformation différents. Ainsi le début du stade B est légèrement repoussé vers les déformations plus élevées dans le cas de la traction DL.

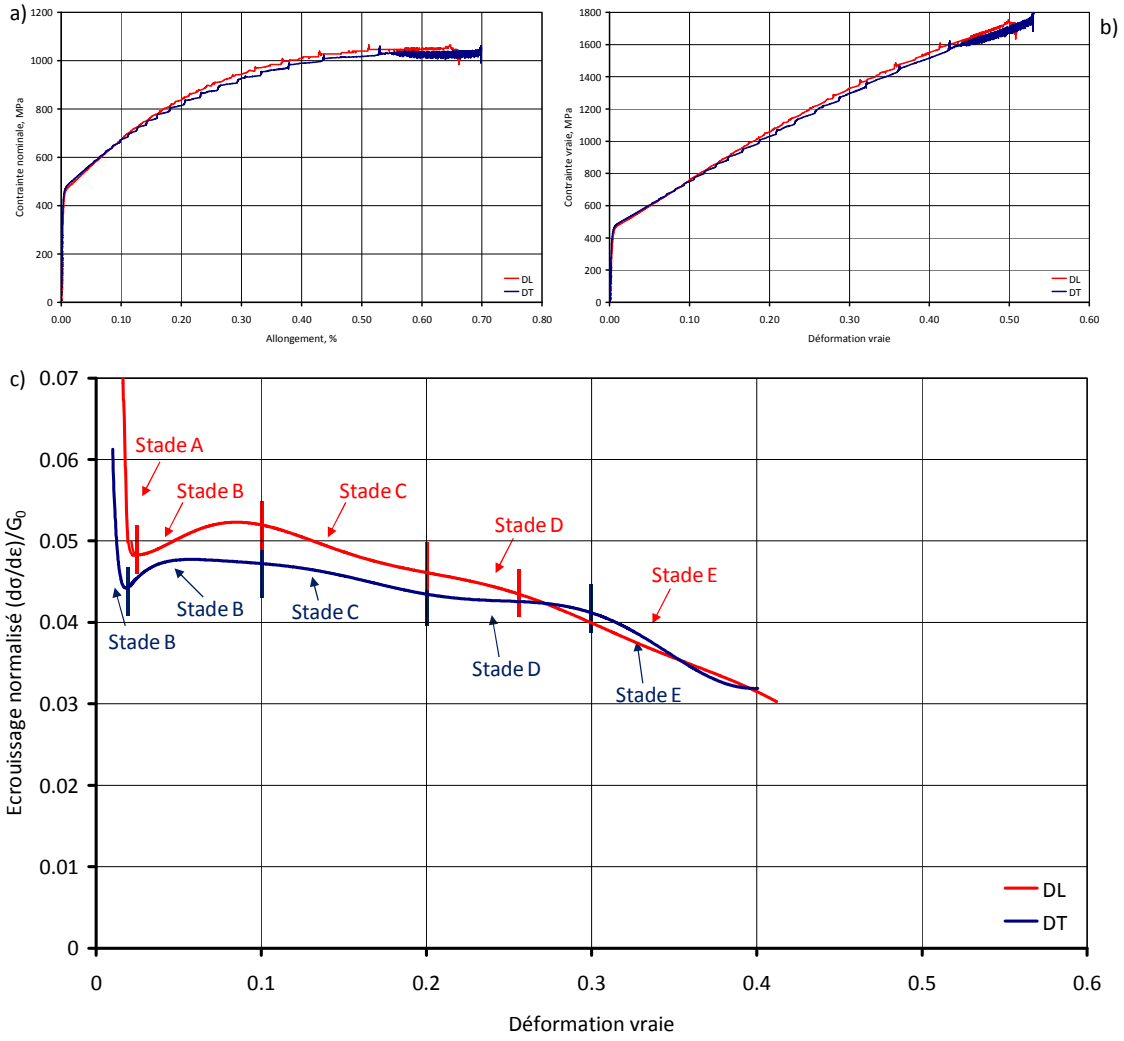


Figure 3.2 Comportement mécanique en traction DL-DT – nuance à petits grains. (a) Courbes de traction rationnelles. (b) Courbes de traction en contrainte-déformation vraie. (c) Evolution de l'écrouissage normalisé.

1.4. Influence de la taille de grains sur le comportement en traction

La Figure 3.3a présente les courbes de traction vraies, réalisées suivant DL, obtenues pour des tailles moyennes de grains variant de 2.6 à 20µm. La contrainte d'écoulement augmente avec la diminution de la taille de grains (fig.3.3b). Ce comportement est classiquement décrit par la loi de Hall-Petch [HAL51][PET53] :

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-1/2} \qquad 3.1$$

où d est la taille de grains, σ_0 et k deux paramètres dépendant du matériau (identifiés respectivement à 132 MPa et 448 MPa/µm$^{1/2}$) et σ_y représente la limite d'écoulement actualisée.

La taille de grains agit également sur le niveau, le debut et la variation en amplitude des stades d'écrouissage du matériau. La Figure 3.1c illustre l'évolution du coefficient d'écrouissage correspondant. Avec l'augmentation de la taille de grains, le stade B (correspondant à une élévation du niveau d'écrouissage) est décalé vers des déformations plus élevées. Le début du stade B, qui commence à 0.02 de déformation vraie dans le cas du matériau à petits grains (2.6µm), est repoussée à 0.1 de déformation vraie pour une taille de grains de 15µm. Par conséquent, aux faibles déformations (déformation vraie inférieure à 0.25), le coefficient d'écrouissage diminue avec l'augmentation de la taille de grain. Cette tendance est inversée à partir d'une déformation vraie de 0.25 où le coefficient d'écrouissage augmente avec la taille de grains.

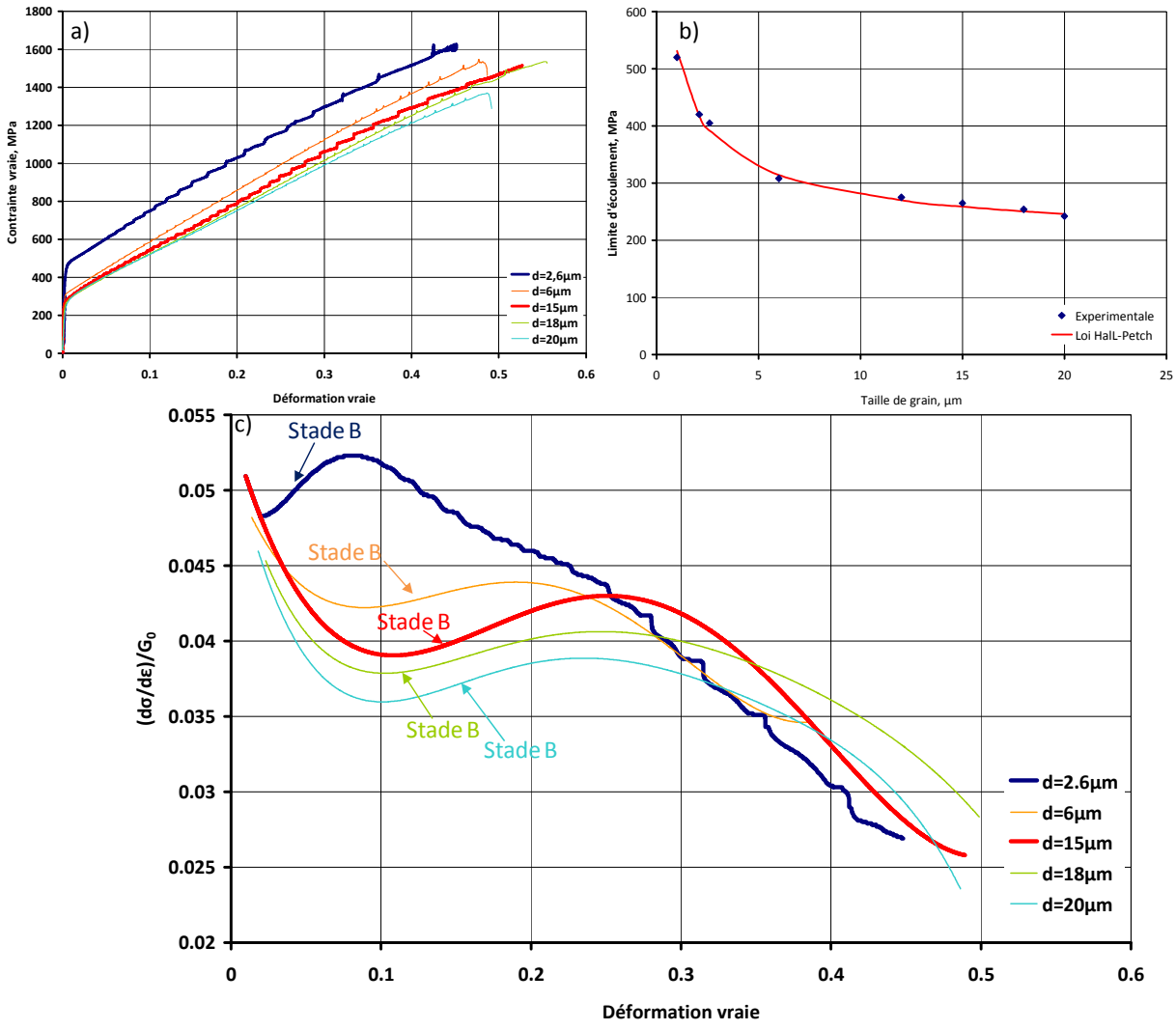


Figure 3.3 Comportement mécanique en traction DL – taille de grains variable. (a) Courbes de traction en contrainte-déformation vraie. (b) Variation de la limite d'écoulement avec la taille de grains. (c) Evolution du coefficient d'écrouissage normalisé pour les différentes tailles de grains.

2. Etude des évolutions microstructurales en traction DT

L'étude du comportement mécanique a montré que les aciers TWIP présentent un fort taux d'écrouissage qui évolue suivant différents stades (Figure 3.1) avec une légère influence de la texture et de la microstructure initiale. Cette partie est consacrée à la caractérisation de la microstructure de maclage qui se développe lors de la déformation et à l'expertise de son rôle sur ce comportement mécanique.

Cette étude microstructurale a été réalisée en priorité sur la nuance à petits grains sollicitée suivant DT. Des essais de traction ont été interrompus à des taux de déformation vraie variant de 0.02 à 0.53 (rupture de l'éprouvette). Les essais interrompus sont schématisés par les croix rouges Figure 3.1b.

Les analyses microstructurales ont été réalisées par MEB-FEG EBSD et par MET (voir chapitre 2 'techniques expérimentales'). Les cartographies d'orientations en EBSD ont été acquises suivant deux stratégies : (i) en utilisant un pas de déplacement de l'ordre de 70nm afin de couvrir un grand nombre de grains pour rendre compte de la texture locale, (ii) en utilisant un pas de déplacement de l'ordre de 20nm pour réaliser des analyses locales sur quelques grains.

L'évolution de texture au cours de la déformation a pu être appréciée sur les cartes EBSD mais a également été quantifiée par DRX. La Figure 3.4 présente les figures de pôles recalculées {100}{110}{111} et la section φ_2=45° de la FDO pour l'état initial et les différents états interrompus. La traction DT renforce fortement la texture autour :

- de deux composantes majoritaires laiton {110}<112> et cuivre tournée {112}<110>, augmentant ainsi l'intensité de la fibre <111>//DT
- de deux composantes minoritaires Goss tournée {110}<110> et cube {001}<100>, renforçant légèrement la fibre <100>//DT.

Dans cette partie, les orientations sont décrites dans le repère de laminage (DL,DT,DN) .

Pour traduire la relation entre les mécanismes de déformation supposés actifs et l'orientation des grains, le Facteur de Schmid (FS) pour le glissement et le maclage a été calculé pour chaque composante de texture (table 3.2) pour une sollicitation en traction suivant DT. Seule la valeur maximale du FS de l'ensemble des systèmes potentiellement actifs (24 pour le glissement, 12 pour le maclage) a été retenue.

Plus généralement, les lignes d'iso-intensités du facteur de Schmid maximal pour le glissement et le maclage sont tracées dans le triangle standard de la figure de pôles inverse de la direction macroscopique de traction. La représentation Figure 3.5 montre les domaines d'orientations favorables au glissement et au maclage mais ne prend pas en compte l'effet des contraintes locales et ne traduit pas les cissions critiques des deux modes de déformations. Elle ne permet que de juger du rôle de l'orientation sur le mode de déformation.

Dans la suite, les principales évolutions de microstructure et de texture observées au cours des différents stades d'écrouissage sont présentées. Leurs effets sur le comportement mécanique seront alors discutés.

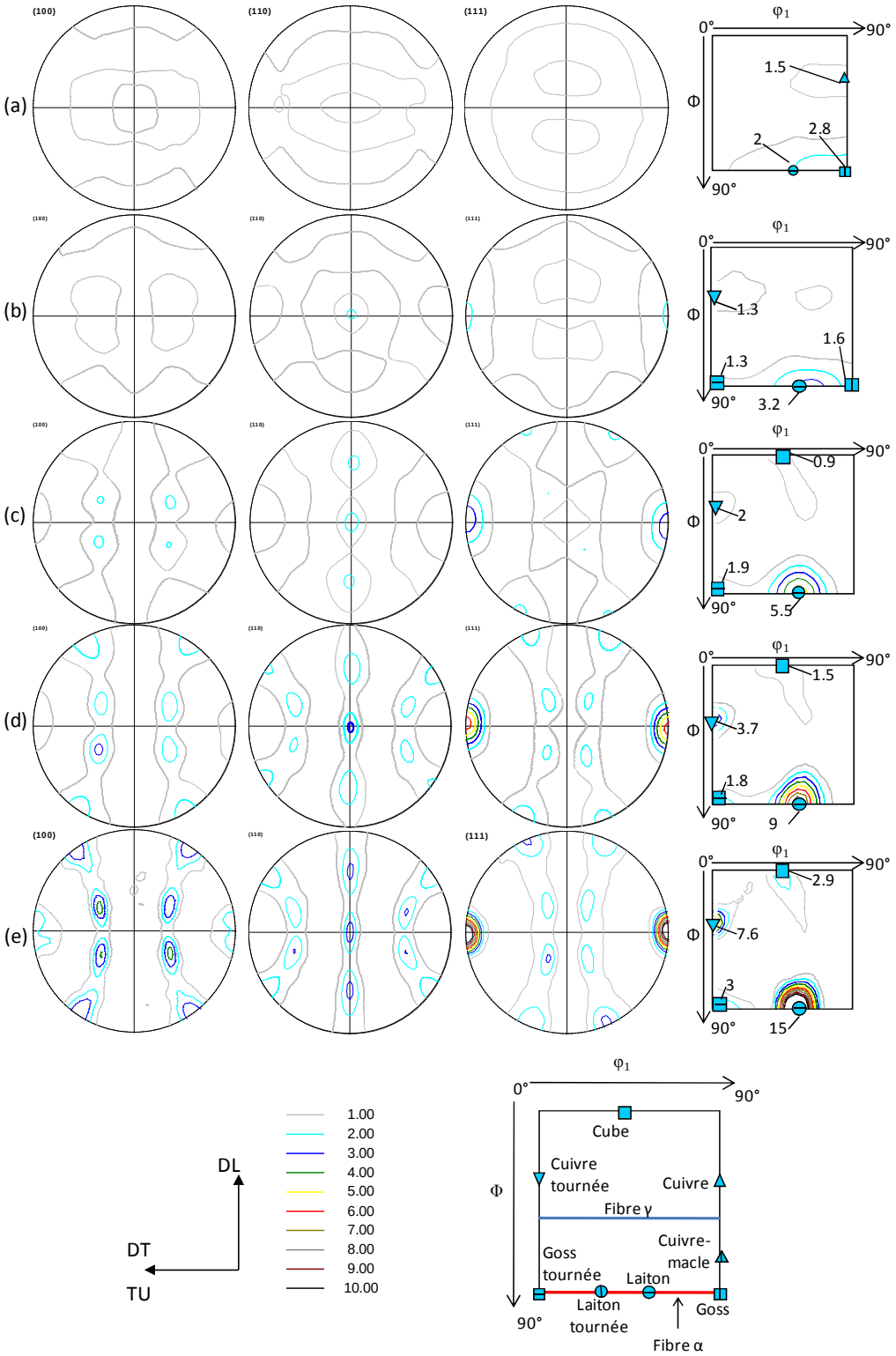


Figure 3.4 Figures de pôles recalculées {100}{110}{111} et section φ_2=45° de la FDO pour une déformation vraie en traction DT. (a) 0.0 - état initial (b) 0.1 (c) 0. 2 (d) 0.3 (e) 0.53.

Symbole	Composante de texture	{hkl}<uvw>	Angles d'Euler	Fibre	Couleur dans le triangle inverse TD	Etat du matériau	Facteur de Schmid Glissement	Maclage
◫	Goss	{110}<001>	90°/90°/45°	<110>//DT	Vert	Initial	0.41	0.47
△	Cuivre	{112}<111>	90°/35.26°/45°	<110>//DT	Vert	Initial	0.41	0.47
⊖	Laiton	{110}<112>	55°/90°/45°	<111>//DT	Bleu	Déformé	0.27	0.31
▽	Cuivre tournée	{112}<110>	0°/35.26°/45°	<111>//DT	Bleu	Déformé	0.27	0.31
⊟	Goss tournée	{110}<110>	0°/90°/45°	<100>//DT	Rouge	Déformé	0.41	0.23
■	Cube	{001}<100>	45°/0°/45°	<100>//DT	Rouge	Déformé	0.41	0.23

Table 3.2 Orientations cristallographiques principales, leurs orientations dans la section φ_2=45°, fibre correspondante, couleur dans le triangle standard suivant DT, état du matériau caractéristique de l'orientation et valeurs des facteurs de Schmid maximum pour le glissement et le maclage.

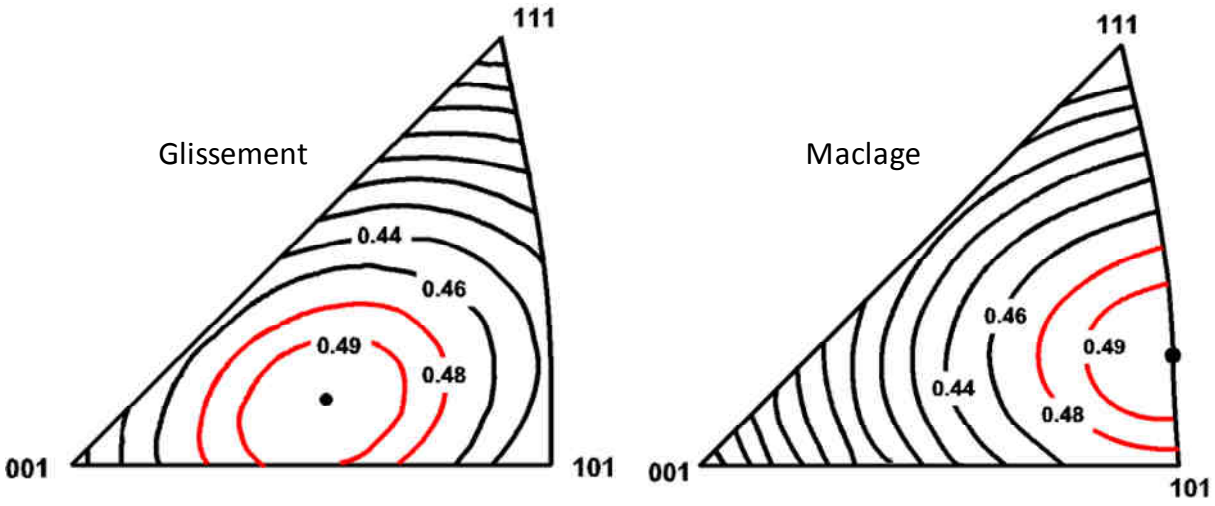


Figure 3.5 Figures de pôles inverses des facteurs de Schmid en traction pour le glissement et le maclage. Les lignes d'iso-intensité <0.44 varient au pas de 0.02.

2.1. Mise en place de la microstructure de maclage : stades d'écrouissage A et B

Durant les premières étapes de déformation, la texture reste très peu marquée (Figure 3.4b). Cependant l'orientation correspondant à densité maximale de la FDO est modifiée, passant de (90°,90°,45°) (orientation Goss) à (55°,90°,45°) (orientation laiton) avec l'apparition de la fibre partielle <111>//DT. Les rotations cristallines tendent ainsi à réduire les composantes de la texture initiale pour développer les composantes de déformation suivant DT.

Dès 0.02 de déformation vraie, un système de maclage est actif dans de nombreux grains comme le montre les analyses au MET, Figure 3.6. Pour confirmer que ces macles n'ont pas été introduites par la préparation de la lame mince, préparée avec le plus grand soin, un échantillon non déformé a également été aminci. Aucune macle mécanique n'y a été observée.

Les macles observées dans les échantillons déformés sont de taille nanométrique. Leur épaisseur apparente est de l'ordre de 10 à 30 nm. Le début de cette activation du maclage s'accompagne d'une augmentation du coefficient d'écrouissage, stade B (Figure 3.1). La contrainte macroscopique au début du stade B (à 0.02 de déformation vraie) est de 550MPa.

Entre 0.02 et 0.05 de déformation vraie, les analyses au MET nous montrent que les faisceaux de macles commencent à se former (Figure 3.7a) et certains grains présentent déjà deux systèmes sécants de macles (Figure 3.7b). Dans le cas présenté ici, les deux systèmes ont été activés de manière séquentielle. Le système primaire bloque le secondaire (Figure 3.7c).

L'identification de ces deux systèmes de maclage est réalisée à partir du cliché de diffraction électronique à aire sélectionnée (SAED en anglais) et de son indexation, respectivement Figures 3.7d-e. Afin d'augmenter le contraste de l'image en champ clair et de mieux révéler les macles, l'échantillon est tourné de quelques degrés de l'axe de zone [011]. C'est pour cette raison que les intensités diffractées ne sont pas distribuées de manière homogène. Ce cliché SAED montre clairement l'existence de ces deux systèmes de maclage et qui ne peuvent être confondus avec de la martensite ε. Le premier TW1, formé sur des plans $(11\bar{1})$, produit des taches de diffraction indiquées en bleu sur la Figure 3.7e. Le réseau bleu est obtenu par une rotation de 180° du réseau de la matrice réciproque autour de la direction réciproque $[11\bar{1}]$*. Une construction géométrique similaire pour la direction $[\bar{1}1\bar{1}]$* permet l'identification des taches de diffraction associées aux macles formées sur des plans $(\bar{1}1\bar{1})$ (système TW2).

Le glissement plastique accompagnant le maclage est très intense dès les premiers stades de déformation. Du glissement multiple est produit au cours de la déformation, comme cela peut être révélé par l'examen des micrographies en champ clair de la Figure 3.8. Les micrographies de détail de la Figure 3.8 permettent de mettre en évidence la présence de nombreuses dislocations produites par la déformation plastique. Cette forte interaction entre glissement et maclage, illustrée Figure 3.8, contribue à l'augmentation de l'écrouissage observée au début du stade B (Figure 3.1c).

La déformation plastique par glissement des dislocations donne d'importantes désorientations intragranulaires. Un gradient d'orientation est mis en évidence sur la cartographie d'orientations réalisée au MET sur un échantillon à 0.05 de déformation vraie, présentée Figure 3.9. La zone analysée est constituée de grains uniquement déformés par glissement des dislocations. La désorientation est maximale aux joints de grains, pouvant atteindre 4° par rapport à l'orientation moyenne. Cette forte variation de l'orientation révèle

la présence d'importantes densités de dislocations induites par la déformation et de leur accumulation dans le voisinage des joints de grains. De telles désorientations intragranulaires sont associées à la formation de dislocations assurant la compatibilité de la déformation plastique entre grains voisins [VER02][JOR07].

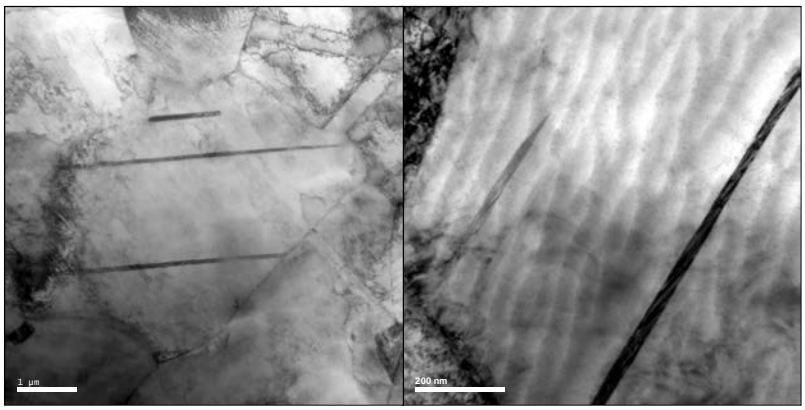


Figure 3.6 Micrographies en champs clair d'un échantillon déformé à 0.02 de déformation vraie.

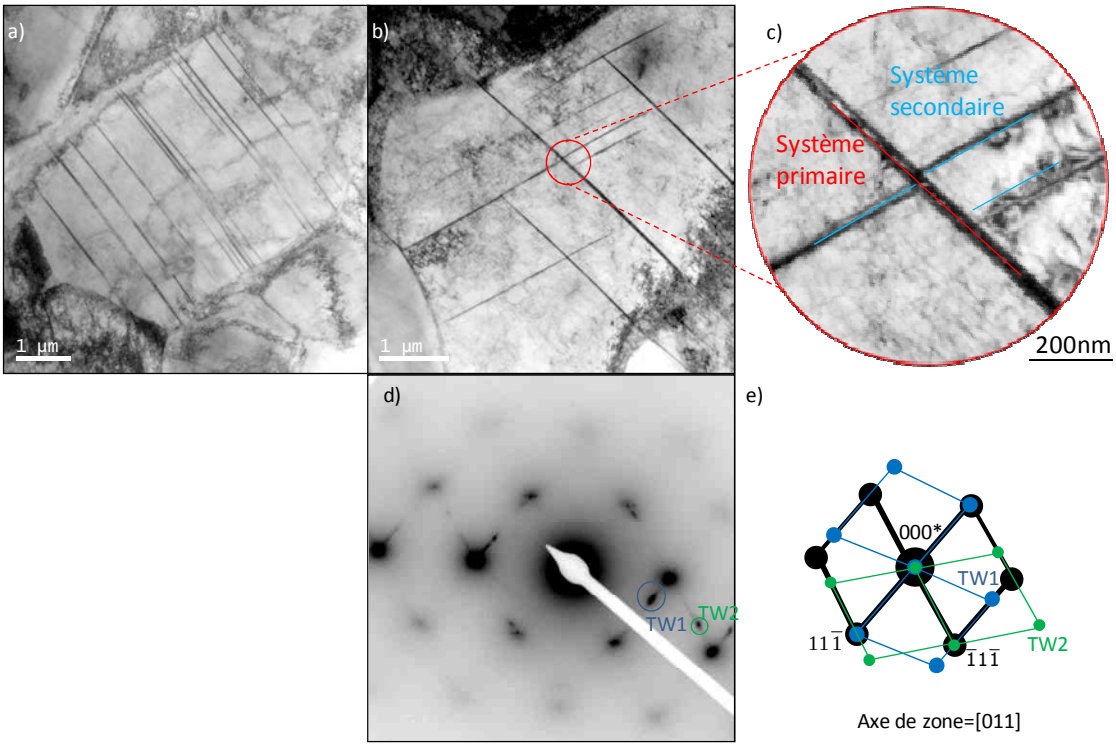


Figure 3.7 Micrographies en champ clair d'un échantillon à 0.05 de déformation vraie. (a) Grain présentant un système de maclage actif. (b) Deux systèmes de maclage sécants. (c) détail de c). (d) Cliché de diffraction de b). (e) Indexation du cliché de diffraction.

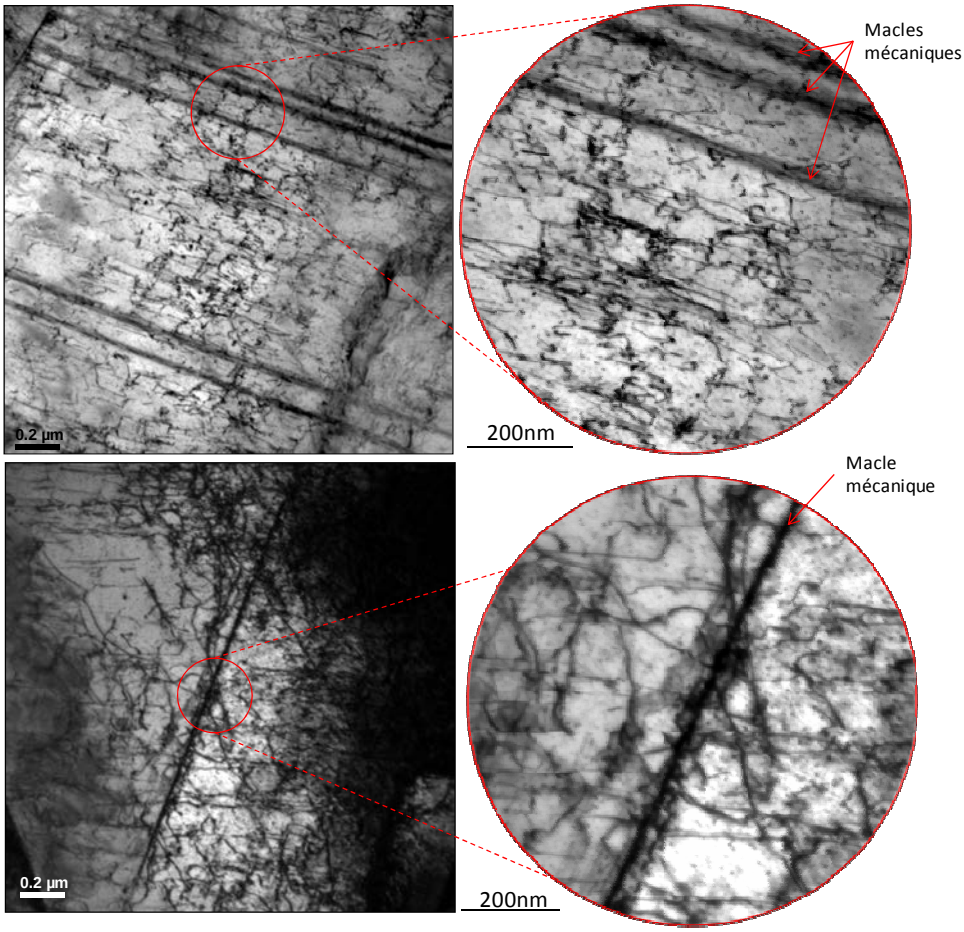


Figure 3.8 Micrographies en champ clair d'un échantillon à 0.05 de déformation vraie révélant la présence de nombreuses dislocations.

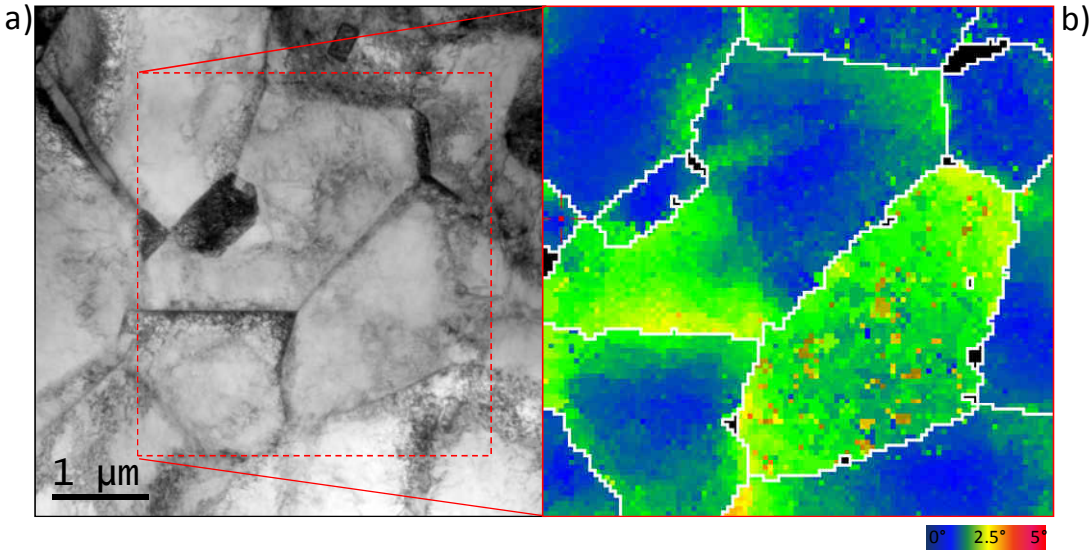


Figure 3.9 Cartographie d'orientations réalisée au MET. (a) Micrographie en champ clair de la zone analysée. (b) Cartographie correspondante des désorientations à l'orientation moyenne.

L'EBSD associé à un MEB FEG nous a permis d'examiner la microstructure de maclage sur de plus grandes zones. La Figure 3.10 présente le résultat d'une mesure EBSD sur un échantillon déformé à 0.1 de déformation vraie. L'épaisseur des macles est souvent inférieure aux pas de déplacement de la cartographie (60nm dans le cas présent). Par conséquent les orientations des macles mécaniques les plus fines ne sont pas mesurées et indiquées sur la carte EBSD. Néanmoins, la cartographie de l'indice de qualité des clichés de Kikuchi (Figure 3.10a) révèle la présence des macles, correspondant aux lignes noires. Nous avons vérifié manuellement que ces faibles valeurs de l'indice de qualité sont dues à la superposition de deux clichés de Kikuchi : celui de la matrice et celui de la macle. Ces lignes sombres révèlent donc bien les macles mécaniques. Comme nous pouvons le constater, près de la moitié des grains présentent un système de maclage.

La cartographie d'orientation (Figure 3.10b) illustre bien la texture macroscopique peu prononcée (Figure 3.4b). A ce niveau de déformation, l'activation du maclage dépend davantage de la taille des grains que de leurs orientations. Les grains ayant une orientation proche des composantes Goss et cuivre (axe <101>//DT, en vert sur la Figure 3.10b) et ayant une taille suffisante (>5µm) présentent des macles mécaniques. Ces grains sont en effet plus favorablement orientés pour macler que pour glisser d'après le facteur de Schmid (table 3.2 et Figure 3.5). Les orientations appartenant aux fibres <111>//DT et <100>//DT (respectivement les grains bleu et rouge Figure 3.10b) apparaissent progressivement avec la déformation. On observe également des macles dans les grains les plus grands.

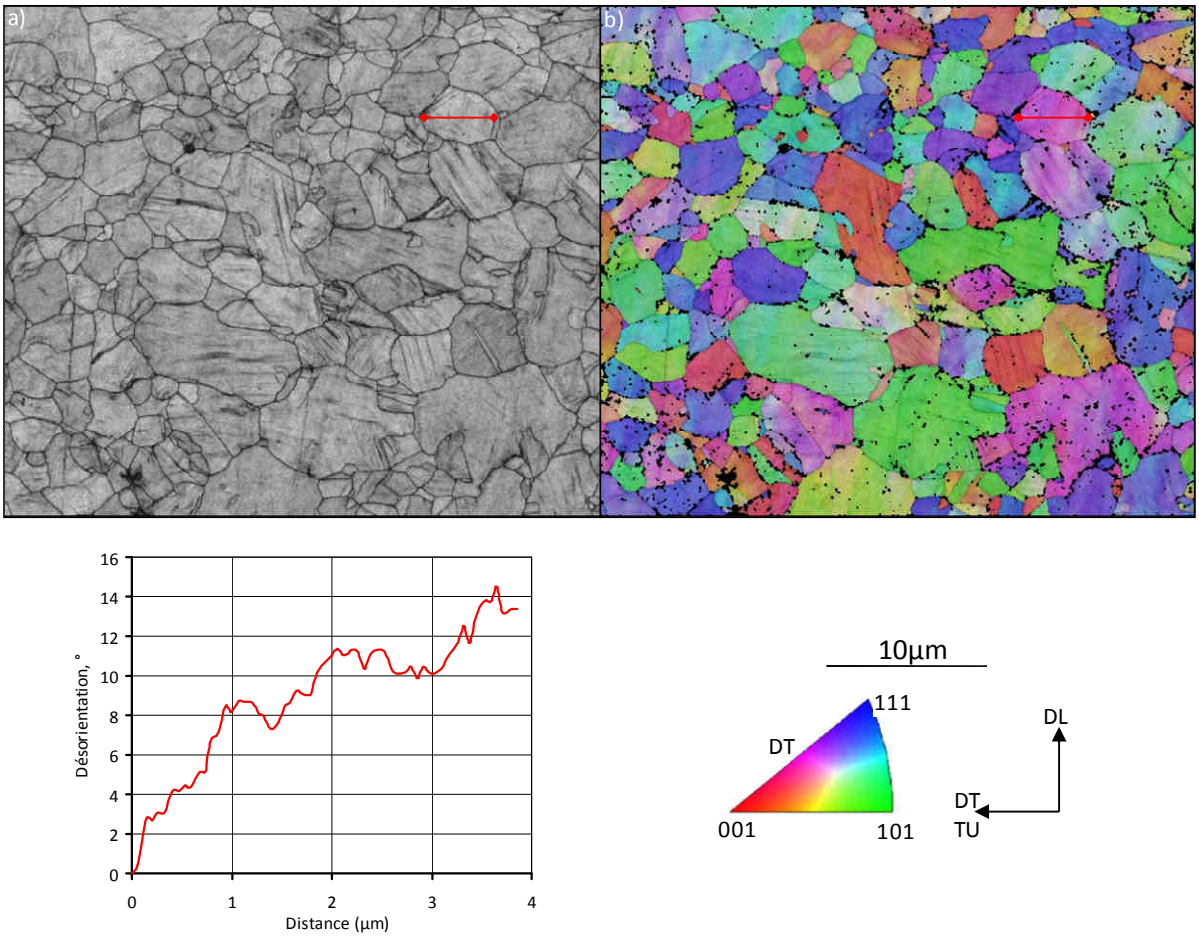


Figure 3.10 Cartographie EBSD sur un échantillon déformé à 0.1 de déformation vraie. (a) Contraste de bandes. (b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleurs du triangle standard. (c) Profil de désorientation suivant la ligne tracée sur a) et b) (Indexation=90%).

2.2. Principales évolutions microstructurales lors des stades d'écrouissage C - D

Entre 0.1 et 0.3 de déformation vraie, alors que l'écrouissage baisse légèrement pour se stabiliser après 0.2 de déformation vraie, des changements significatifs de l'activité de maclage sont observés, accompagnés d'un renforcement marqué de la texture macroscopique (Figures 3.4 c-d).

Les composantes de déformation sont déjà bien marquées pour 0.2 de déformation vraie (Figure 3.4c). Avec l'augmentation de la déformation, les composantes laiton {110}<112> et cuivre tournée {112}<110> vont fortement se renforcer, augmentant ainsi l'intensité de la fibre <111>//DT. L'intensité de la fibre partielle <100>//DT (formée par les orientations Goss tournée {110}<110> et cube {001}<100>) reste quand à elle faible (Figure 3.4c).

La fraction de macles augmente progressivement. Les analyses effectuées au MET montrent cependant que les macles ne s'épaississent pas mais les faisceaux se densifient (Figure 3.11). La densification des faisceaux de macles rend maintenant possible la mesure de l'orientation de la macle lors de la mesure automatique en EBSD. L'orientation de la macle devient en effet majoritaire dans le volume analysé. La Figure 3.12 présente une cartographie EBSD sur un échantillon déformé à 0.3 de déformation vraie. La matrice austénitique entre les macles ne peut pas être différenciée au sein d'un faisceau. La mesure obtenue en EBSD est celle du faisceau de macles, dont l'épaisseur peut atteindre 250nm pour les plus épais. Le nombre de grains présentant deux systèmes de maclage augmente significativement avec la déformation, activés suivant différentes configurations. La Figure 3.13 illustre les trois configurations principales, observées sur un échantillon déformé à 0.2 de déformation vraie. Dans le grain A, les systèmes de maclage ont été activés simultanément. Dans le grain B, deux systèmes ont été activés dans des zones différentes du grain. Enfin dans le grain C, les systèmes ont été activés séquentiellement.

Une très forte dépendance de l'activité de maclage en fonction de l'orientation du grain est observée sur la carte EBSD. L'évolution de la texture macroscopique, conduisant principalement au renforcement de la fibre partielle <111>//DT, est visible sur cette carte. La majorité des grains sont bleus, indiquant ainsi qu'ils sont désorientés de moins de 20° de la fibre <111>//DT (incluant les orientations laiton et cuivre tournée). Les grains dont les orientations appartiennent à la fibre <111>//DT présentent une fraction de macles plus élevée que les grains dont les orientations appartiennent à la fibre <100>//DT. Quelques grains sont toujours orientés suivant les composantes initiales Goss et cuivre (en vert, fibre <110>//DT). Ces grains présentent une microstructure de maclage très développée. La figure de pôles inverse du facteur de Schmid, Figure 3.5, montre que la fibre <111>//DT comporte des orientations plus favorables au maclage qu'au glissement. Inversement, la fibre <100>//DT englobe des orientations plus favorables au glissement qu'au maclage.

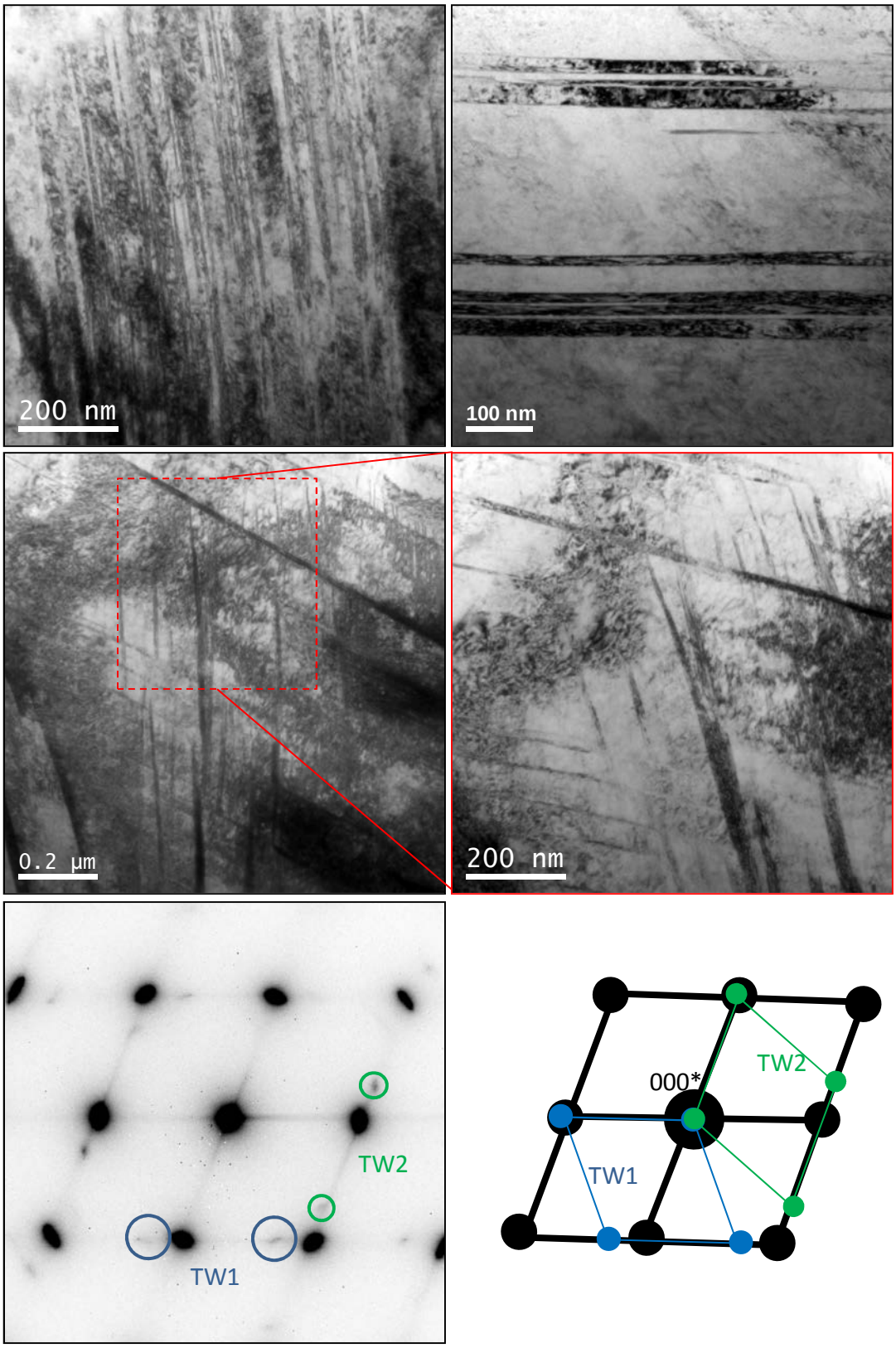


Figure 3.11 Micrographies en champ clair d'un échantillon déformé à 0.3 de déformation vraie.

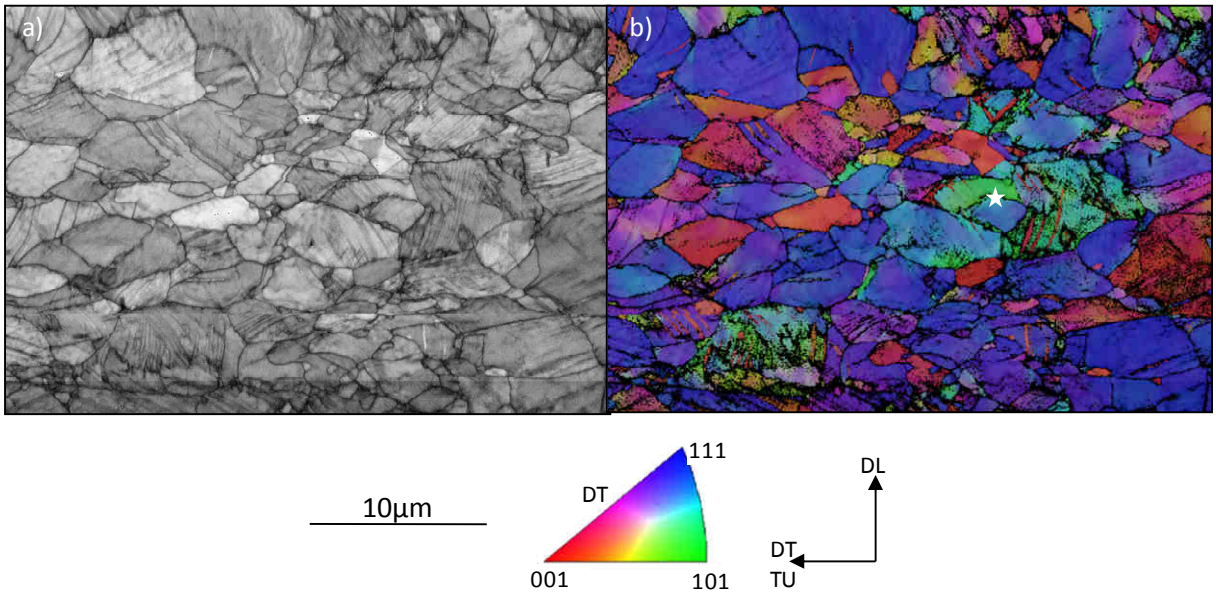


Figure 3.12 Cartographie EBSD sur un échantillon déformé à 0.3 de déformation vraie. (a) Contraste de bandes. (b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleurs du triangle standard (Indexation=75%).

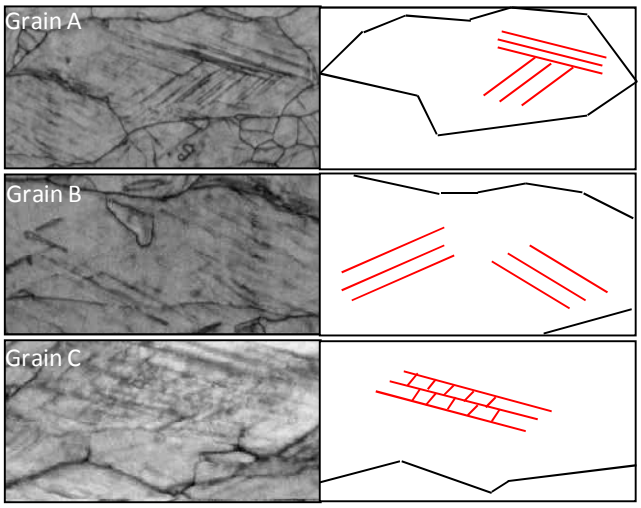


Figure 3.13 Différentes configurations de macles issues de cartographies EBSD.

Enfin, des sous-joints de moyennes à fortes désorientations se développent au sein des grains très déformés. La Figure 3.14 illustre la fragmentation d'un grain particulier (grain marqué par une étoile blanche figure 3.12). Le profil de désorientation tracé le long de la ligne rouge sur la Figure 3.14a présente un saut de 14° au sous-joint. La désorientation cumulée est de 30°. Les sous-joints semblent délimiter des faisceaux de macles. Ces faisceaux se trouvent alors confinés dans des sous-structures, comme schématisé sur la

Figure 3.14b. Les sous-grains ainsi formés s'orientent progressivement vers les composantes de déformation (fibre <111>//DT, en bleu) et peuvent être considérés comme des nouveaux grains (figure 3.14c). Avec l'augmentation de la densité des joints de grains, le taux d'indexation des cartes EBSD chute à 75%.

Dans le but d'indexer et de cartographier individuellement les macles, et non pas le faisceau complet, une mesure EBSD a été réalisée sur une petite surface en utilisant un pas de déplacement de 10nm. Le résultat de cette analyse est présenté Figure 3.15 dans le cas d'un échantillon déformé à 0.3 de déformation vraie. Deux systèmes de maclage sécants ont été activés. La cartographie en contraste de bandes, Figure 3.15a, nous permet de discerner les macles constituant les faisceaux. La Figure 3.15b présente l'écart à l'orientation moyenne pour la matrice austénitique et la macle, dont les joints sont tracés en rouge. Nous pouvons tout d'abord constater qu'une faible partie des macles visibles sur la cartographie en contraste de bandes a pu être indexée individuellement. Le profil de désorientation dans une partie de la macle (en rouge) et celui de la matrice (en bleu) sont mesurés selon la même direction. Les deux gradients d'orientations varient en moyenne de la même manière, atteignant 5° sur 1µm de distance. Nous pouvons dès lors penser que la désorientation de partie maclée découle de la désorientation de la matrice sur laquelle elle s'est formée. La relation d'orientation entre la macle et la matrice (rotation de 60° autour de l'axe <111>) est toujours localement vérifiée

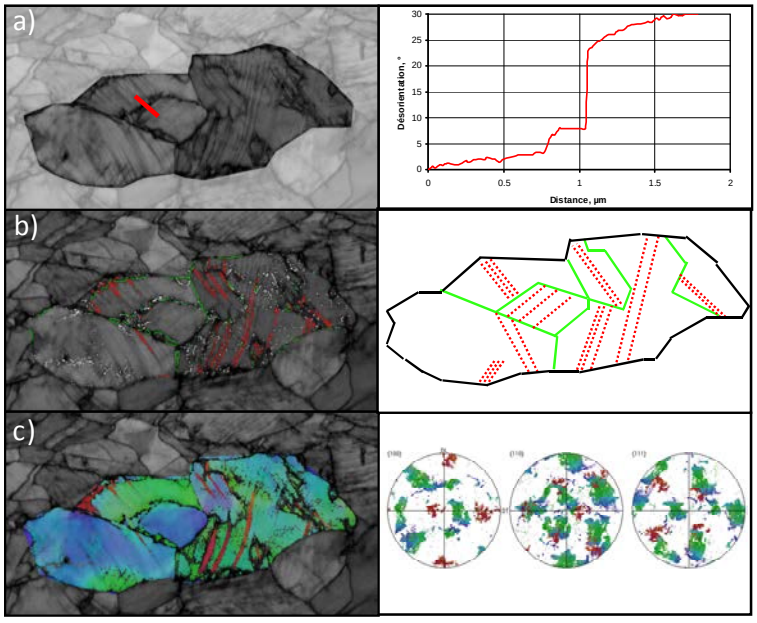


Figure 3.14 Fragmentation de grains par apparition de sous-joints de fortes désorientations. (a) Profil de désorientation de part et d'autre d'un sous-joint (b) Schématisation de la formation de sous-structures au sein d'un grain. Les joints de types Σ3 sont représentés en rouge, les joints de grains de désorientation inférieure à 3° en blanc et inférieure à 10° en vert. (c) Orientations des différentes structures formées.

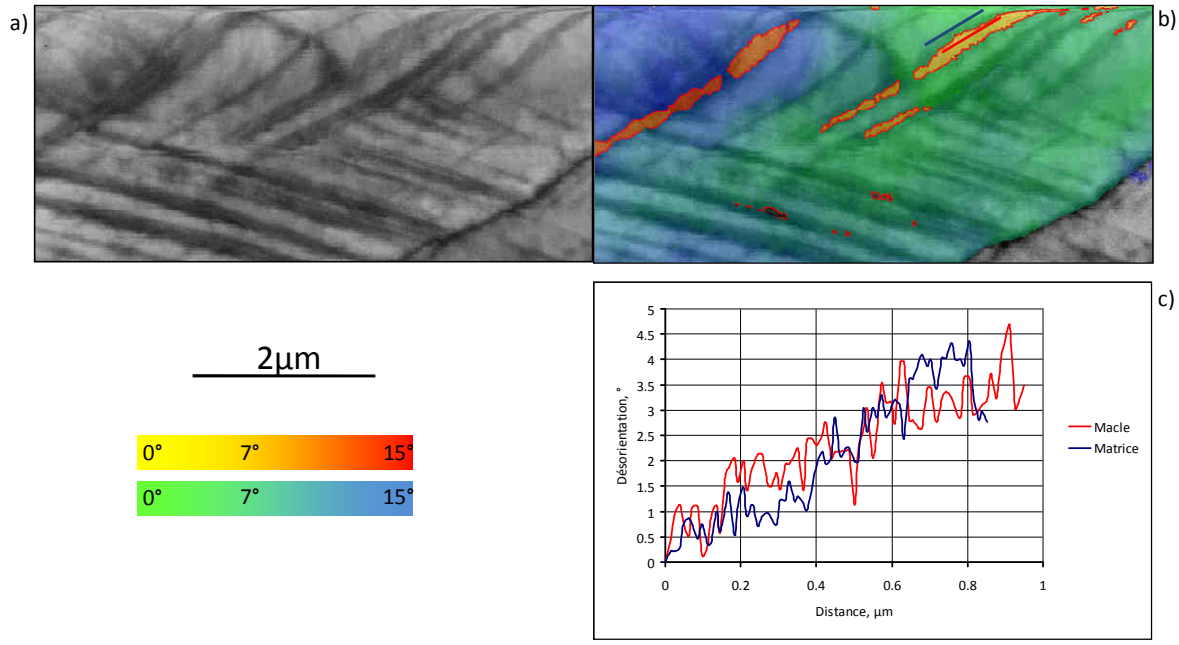


Figure 3.15 Analyse des désorientations locales du faisceau de macles et de la matrice. (a) Cartographie en contraste de bandes. (b) Ecarts à l'orientation moyenne pour le grain et la macle. (c) Profils de désorientations le long des lignes bleu et rouge de b).

2.3. Microstructure de maclage lors du stade d'écrouissage E jusqu'à rupture

Durant ces dernières étapes de déformation, lorsque l'écrouissage chute, la texture continue à se renforcer en même temps que l'activité de maclage. Au-delà de 0.3 de déformation vraie, la plupart des grains ont acquis les orientations des composantes de déformation. La Figure 3.16 présente la micro-texture obtenue après une déformation vraie de 0.4. Les grains ayant des orientations proches des composantes initiales Goss et cuivre ont quasiment disparu. L'analyse DRX (Figure 3.4e) montre qu'à rupture les orientations laiton et cuivre tournée, appartenant à la fibre <111>//DT, sont les plus denses avec des densités respectives de 15 et 7.6. Les composantes cube et Goss (fibre <100>//DT) tournée sont quand à elles moins intenses, avec respectivement des densités de 2.9 et de 3.

La fraction de macles augmente, les faisceaux de macles se densifient encore et s'élargissent (les plus larges atteignant 500nm). Les cartographies EBSD suggèrent une accélération de l'activité de maclage entre 0.3 et 0.4 de déformation vraie (Figures 3.12 et 3.16).

Les orientations générées par le maclage mécanique ont été analysées en détail sur l'échantillon déformé à 0.4 de déformation vraie (Figure 3.16). Les grains dont les orientations appartiennent à la fibre <111>//DT (laiton et cuivre tournée, en bleu Figure 3.16b) génèrent des macles dont les orientations appartiennent à la fibre <100>//DT (orientations cube et Goss tournée, en rouge Figure 3.16b). Inversement, les grains dont les orientations sont contenues dans la fibre <100>//DT produisent des macles dont les

orientations appartiennent dans la fibre <111>//DT. Néanmoins la proportion de grains dont les orientations sont dans la fibre <100>//DT et activant du maclage mécanique reste très faible. La forte dépendance de l'activité de maclage des grains dans ces orientations se confirme. Les grains ayant des orientations dans la fibre <111>//DT présentent une fraction maclée importante, notamment par rapport aux grains dont les orientations sont dans la fibre <100>//DT.

Les cartographies EBSD révèlent de larges zones inter- et intra-granulaires dans lesquelles très peu de clichés de Kikuchi ont été indexés (zones noires sur la Figure 3.16a). Dans ce cas, l'indice de qualité des clichés de Kikuchi est très faible (gris sombre – noir sur la Figure 3.16a) en raison de la forte distorsion du réseau et de l'accumulation de dislocations. De ce fait, le taux d'indexation chute encore à moins de 70%.

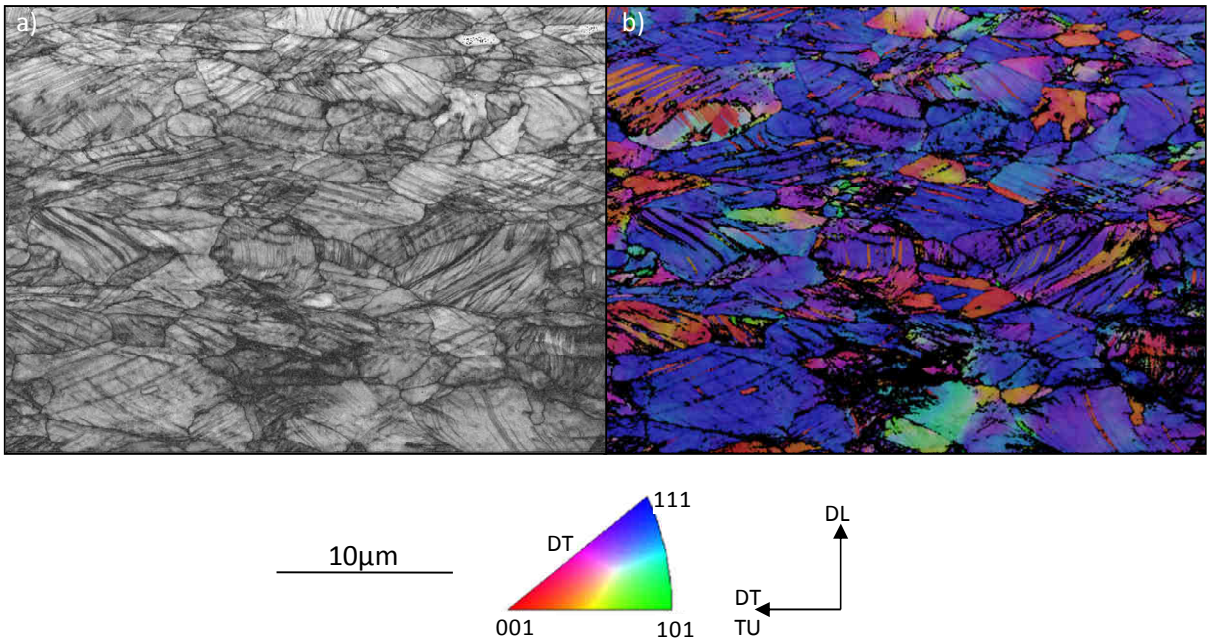


Figure 3.16 Cartographie EBSD sur un échantillon déformé à 0.4 de déformation vraie. (a) Contraste de bandes. (b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleurs du triangle standard (Indexation=65%).

2.4. Discussion : Influence des évolutions microstructurales sur l'écrouissage

L'acier TWIP 22Mn0.6C à petits grains (taille moyenne 2.6µm) présente un taux d'écrouissage élevé qui évolue suivant différents stades tout au long de la déformation. Cet effet contribue à repousser la striction de l'éprouvette à des valeurs de déformations plus élevées et donne un comportement mécanique remarquable, conjuguant une importante ductilité (>60%) et une haute résistance mécanique (>1000MPa) (Figure. 3.1a).

Différents mécanismes sont proposés dans la littérature pour interpréter le fort taux d'écrouissage [ADL86][DAS81]. Certains auteurs attribuent ce taux d'écrouissage élevé à un mécanisme de vieillissement dynamique, lié à l'interaction entre les dipôles C-Mn et les dislocations mobiles [DAS81][HUT06][SHU92]. Dans les travaux menés par Bracke [BRA07],

le vieillissement dynamique a été supprimé dans l'alliage Fe-22Mn-0.6C en substituant le carbone par de l'azote. Avec cette substitution, l'énergie de faute d'empilement a été conservée ainsi que les propriétés mécaniques. Ces travaux ont de ce fait montré que l'augmentation de l'écrouissage est fortement liée au maclage mécanique. De surcroît, les travaux d'Allain [ALL02][ALL04b] renforcent l'idée que le fort taux d'écrouissage de l'acier Fe-22Mn-C à effet TWIP est principalement lié à l'activité de maclage.

Les analyses et interprétations des évolutions microstructurales en relation avec le taux d'écrouissage s'appuient sur des informations microstructurales locales et limitées. Dans la littérature, les macles ont en effet le plus souvent été caractérisées par microscopie optique ou à électronique à transmission. La microscopie optique offre une résolution spatiale très faible et n'est pas adaptée à la caractérisation des macles, surtout dans le cas d'un acier à petits grains. La microscopie électronique à transmission offre quant à elle une résolution spatiale très importante, mais les informations locales ainsi obtenues ne sont pas suffisantes pour des déductions statistiques [ALL02][VER04].

Par conséquent, nous avons choisi d'exploiter les possibilités de la technique EBSD associée au MEB FEG pour obtenir des informations microstructurales à plus grande échelle en complément aux informations très locales déterminées en microscopie à transmission. Avec ces moyens, nous avons pu étudier l'évolution de la microstructure de macles en relation avec celle de la texture. Dans cette partie, nous proposons une analyse du lien entre l'évolution microstructurale et le maintien d'un fort niveau d'écrouissage dans le cas de l'alliage étudié.

Stade d'écrouissage A et B

Les investigations au MET montrent que le maclage est actif pour de très faibles déformations, comme l'illustre la figure 3.6 pour 0.02 de déformation vraie. Par ailleurs, les grains présentant des macles contiennent de nombreuses dislocations résultant d'une déformation par glissement multiple, qui est considérée comme nécessaire à la formation des macles [NAB92]. L'activation simultanée du glissement plastique et du maclage et surtout l'interaction entre ces deux mécanismes de déformation contribuent à stopper la diminution du taux d'écrouissage (stade A). On assiste même à une augmentation de l'écrouissage au début du stade B. La contrainte macroscopique est alors de 550MPa pour une déformation vraie de 0.02. La présence d'une faible fraction de macles dans la microstructure avant 0.02 de déformation vraie est fortement probable, mais c'est à partir de ce niveau de déformation que le maclage influence l'écrouissage. C'est pourquoi nous introduisons le terme 'maclage efficace'. Le début du maclage efficace engendre une augmentation du taux d'écrouissage à 0.02 de déformation vraie pour ensuite atteindre un plateau jusqu'à 0.1 de déformation vraie.

Même présentes en faible quantité, les macles réduisent la taille de grains initiaux (effet Hall-Petch dynamique) et agissent comme des obstacles forts pour le glissement des dislocations. L'apparition précoce du maclage est rendue possible par la présence

d'orientations initiales favorables à la formation de macles (Goss et cuivre). Dans d'autre matériaux à faible énergie de faute d'empilement, comme l'alliage à base nickel-cobalt MP35N ou le laiton α [ASG97][ELD99][KAL98][KAL01], le stade B est caractérisé par un écrouissage constant. Néanmoins, certains auteurs [REM78][REM81][MAH73] considèrent que les interactions entre glissement et maclage augmentent le taux d'écrouissage. Une augmentation similaire a également été observée dans du titane de haute pureté [SAL02].

Stade d'écrouissage C et D

Une faible chute du taux d'écrouissage est observée entre 0.1 et 0.2 de déformation vraie (stade C). Dans cette gamme de déformation, la fraction de macles reste très faible. Les premières macles apparues au cours du stade B inhibent le développement immédiat de nouvelles macles et de nouveaux systèmes de macles. Le niveau de contrainte requis pour la poursuite du développement de nouvelles macles est en effet plus élevé. De plus, la texture est très peu prononcée et les orientations Goss et cuivre présentes initialement et favorables au développement de macles disparaissent progressivement. Par ailleurs dans les grains ayant initialement ces orientations, après 0.1 de déformation vraie, les dislocations commencent à s'organiser pour former des sous-joints. La réorganisation des dislocations, la faible activité de maclage et la modification de la texture peuvent expliquer de cette légère chute de l'écrouissage.

Asgari [ASG97] suggère également que la chute du taux d'écrouissage dans les matériaux fcc à faible énergie de faute d'empilement est liée à la difficulté de création de nouvelles macles. Les macles créées lors des premiers stades de déformation ont réduit la taille de grain, gênant ainsi la formation de nouvelles macles [HUL61][CHR95].

Le stade C est suivi par un stade d'écrouissage constant jusqu'à 0.3 de déformation vraie (stade D). Deux faits marquants caractérisent l'évolution microstructurale :

(i) A 0.2 de déformation vraie, la texture macroscopique se renforce autour des orientations principales laiton et cuivre tournée (fibre <111>//DT) et des orientations Goss tournée et cube (fibre <100>//DT). La fibre <111>//DT se renforce continuellement au cours de la déformation. Ces grains ayant des orientations dans cette fibre sont plus favorablement orientés pour macler que ceux dont les orientations appartiennent à la fibre <100>//DT.

(ii) Du fait de la réduction de la taille de grains par l'apparition des premières macles, un niveau de contrainte plus élevé est requis pour créer de nouvelles macles (effet Hall-Petch). Ce niveau de contrainte atteint permet la formation d'un second système de macles dans de nombreux grains. Le libre parcours moyen des dislocations est alors à nouveau fortement réduit par l'activation de ce second système.

Ces deux effets concourent au maintien de l'écrouissage à un niveau élevé durant le stade D.

Stade d'écrouissage E jusqu'à rupture

Enfin, de 0.3 de déformation vraie jusqu'à la rupture de l'échantillon, le taux d'écrouissage chute continuellement (stade E), bien que la fraction de macles continue à augmenter. Les faisceaux de macles se densifient encore. Durant ces étapes, de larges zones se forment, avec une forte concentration de dislocations. Ce phénomène indique une localisation très prononcée de la déformation, annonciateur de la rupture de l'échantillon. Cette localisation a été interprétée par Allain [ALL04b] comme de la striction localisée.

3. Influence réciproque de la texture de déformation et du maclage

Les cartographies EBSD montrent que le développement de macles dépend fortement des orientations cristallines. Par conséquent l'évolution de la texture macroscopique lors de la déformation peut influencer la fraction totale de macles créée. Inversement, la formation de macles génère de nouvelles orientations cristallines et modifie donc la texture macroscopique. L'objectif de cette partie est d'approfondir et de discuter l'influence de l'évolution de texture observée en traction DT sur la formation des macles mécaniques et sa réciproque.

3.1. Influence de la texture sur l'activation du maclage

La traction suivant l'axe DT produit une texture très prononcée caractérisée par quatre composantes principales de déformation: laiton {110}<112>, cuivre tournée {112}<110>, Goss tournée {110}<110> et cube {001}<100> (Figure 3.4). Les composantes laiton et cuivre tournée appartiennent à la fibre <111>//DT. Les orientations cube et Goss tournée appartiennent à la fibre <100>//DT. La Figure 3.17 présente l'évolution des fractions volumiques des différentes composantes présentes au cours de la déformation du matériau. Les calculs ont été effectués en considérant une ouverture angulaire de 10° autour de chaque orientation stricte. Les composantes de déformation se renforcent progressivement aux dépends des orientations Goss et cuivre, présentes initialement.

Des concentrations similaires de pôles <111> et <100> dans la direction de traction ont été observées dans les aciers TWIP [YAN06] et plus généralement dans les aciers austénitiques à faible énergie de faute d'empilement [KUB03][PET07]. Les analyses EBSD nous ont montré que la texture locale influence fortement l'activité de maclage. Cette influence est perceptible en considérant les faits suivants:

(i) Le maclage apparaît très tôt dans la déformation (Figures 3.6 et 3.7). Le développement de macles est probablement facilité par la présence des orientations Goss et cuivre très favorables au maclage (voir table 3.2, Figure 3.5). Malheureusement, ces

orientations ne sont pas maintenues au cours de la déformation et vont disparaitre après une déformation vraie de 0.3.

(ii) Par ailleurs, les grains appartenant aux orientations principales de la fibre <111>//DT qui se renforce au cours de la déformation, possède également un facteur d'orientation plus favorable au maclage qu'au glissement cristallographique ($FS^{glissement}$=0.27 ; $FS^{maclage}$=0.31). Inversement, les grains orientés suivant la fibre <100>//DT (minoritaire au cours de la déformation) sont mieux orientés pour glisser que pour macler ($FS^{glissement}$=0.41 ; $FS^{maclage}$=0.23) (voir table 3.2 et Figure 3.5).

Le développement des composantes de déformation survenant lors de la traction DT tend à favoriser la formation de macles. En effet, la fraction volumique de grains avec des orientations appartenant à la fibre <111>//DT augmente continuellement (Figure 3.17), permettant ainsi le développement de macles tout au long de la déformation. Le renforcement du maclage à partir de 0.3 de déformation vraie est lié à l'augmentation du nombre de grains dont les orientations appartiennent à la fibre <111>//DT, et donc plus généralement à un effet de texture. Cette forte dépendance du maclage à l'orientation cristalline dans les aciers à effet TWIP a également été observée par Yang et al. [YAN06].

L'analyse de la texture est donc ici de première importance. Son contrôle permet en effet d'agir sur le développement des macles, et par conséquent sur les propriétés mécaniques. Nous pouvons dès lors concevoir des possibilités d optimisation de l'effet TWIP pour la mise en forme en générant des textures adaptées.

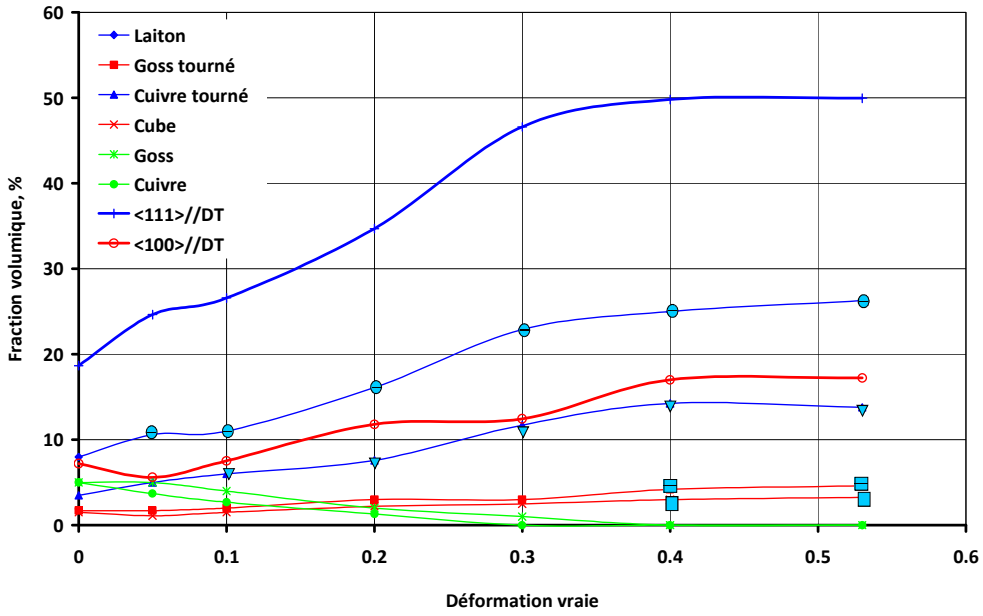


Figure 3.17 Evolution de la fraction volumique des orientations présentes à l'état initial et celles se développant lors de la traction suivant DT.

3.2. Contribution des orientations maclées à la texture macroscopique

Nous venons de voir que l'évolution de texture influence la formation de macles. Réciproquement, le maclage génère de nouvelles orientations et peut modifier la texture macroscopique.

A partir d'une déformation vraie de 0.3, la densité de macles dans les faisceaux est suffisante pour que l'orientation maclée puisse être mesurée par EBSD (Figures 3.12, 3.15, 3.16). Les orientations des macles formées dans les grains orientés dans la fibre <110>//DT (aux faibles déformations) ou <111>//DT (aux déformations intermédiaires ou élevées) renforcent la fibre <100>//DT. D'un autre côté, le nombre limité de macles formées dans des grains dont les orientations sont dans la fibre <100>//DT, renforce la fibre <111>//DT. Par conséquent, le maclage n'ajoute pas de nouvelles composantes d'orientations à la texture de déformation.

Pour apprécier ce fait, l'orientation stricte des macles correspondant à chaque composante principale de déformation a été calculée. Les Figures 3.18a-b-c-d présentent l'orientation de macle générée à partir d'une orientation principale stricte, respectivement laiton, cube, cuivre tournée et Goss tournée. Les macles sélectionnées sont déterminées par les valeurs du facteur de Schmid. Dans le cas des orientations majoritaires (laiton et cuivre tournée, respectivement Figures 3.18b-c) deux systèmes différents sont potentiellement actifs (facteurs de Schmid égaux), conformément aux observations EBSD. Pour les orientations minoritaires (Figures 3.18b-d) seul un système peut être activé. Comme nous pouvons le constater, les orientations strictes des grains parents et des macles ne se superposent pas.

Le même calcul est réalisé à partir d'un jeu d'orientations dispersées autour des composantes strictes de déformation (Figures 3.18e-f), et ce pour mieux rendre compte des fortes dispersions observées expérimentalement. Le jeu de données est issu de mesures EBSD. Dans ce cas, on constate qu'il y a superposition entre les orientations des grains parents et de macles. On peut donc en déduire que le maclage ne créé pas de composantes de texture dissociables de celles de la texture de déformation. Ceci résulte de la forte dispersion des orientations parentes. Plusieurs auteurs ont aussi reporté la faible influence du maclage sur l'évolution de la texture macroscopique [DUG78][LEF90][LEF96]. Dans l'étude présente, la fraction volumique de macles créée au cours de la déformation n'est pas suffisante pour influencer la texture macroscopique de manière significative.

Néanmoins, la contribution des orientations des macles à la texture macroscopique peut être analysée par recoupement des résultats obtenus par DRX et EBSD. En effet, l'observation des cartes EBSD indique que la fraction de grains, et seulement de grains, orientés selon la fibre <100>//DT décroit légèrement entre 0.3 et 0.4 de déformation vraie. Inversement la FDO obtenue par DRX indique que la fraction du polycristal orientée suivant cette fibre est stable puis augmente entre 0.3 et 0.4 de déformation vraie (Figure 3.17). Ce renforcement de la fibre <100>//DT est dû à l'augmentation de la fraction de macles,

favorisée par l'évolution de texture. En effet les grains orientés dans la fibre <111>//DT deviennent majoritaires et développent une fraction importante de macles (orientées suivant la fibre <100>//DT). L'analyse différentielle des données EBSD et DRX est exploitée dans la partie suivante pour estimer la fraction volumique de macles.

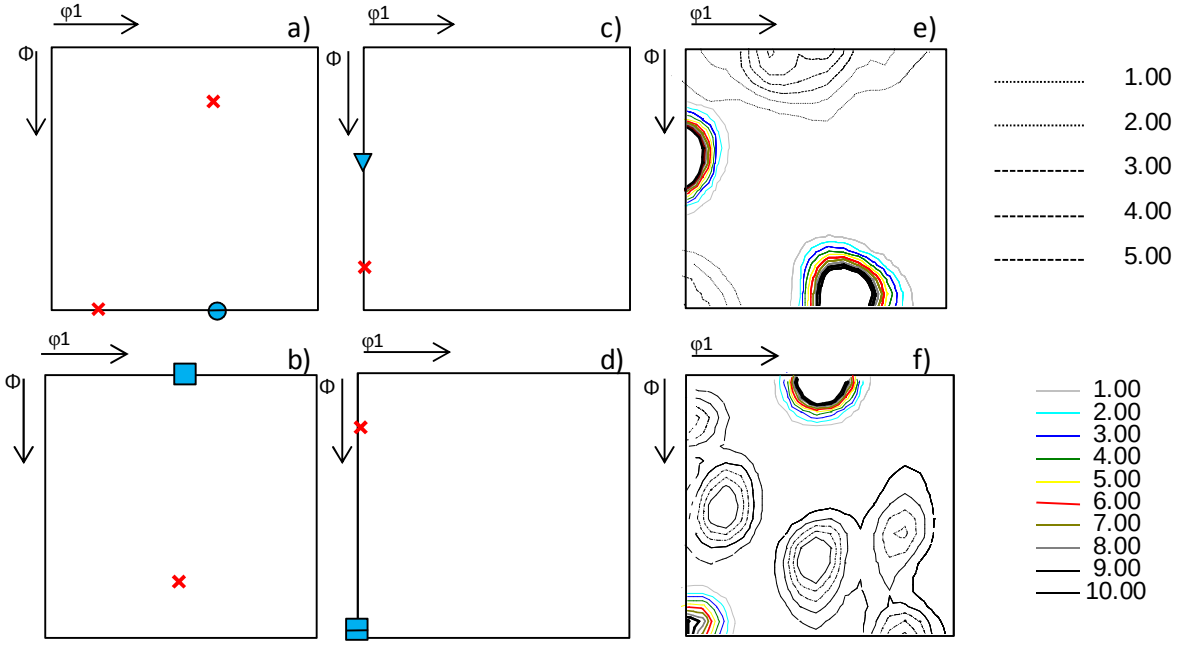


Figure 3.18 Projection de l'orientation maclée (croix rouge) calculée à partir d'une orientation principale stricte de la section φ_2=45° de la FDO (a) Laiton (b) Cube (c) Cuivre tournée (d) Goss tournée. Projection des orientations de macles générées par une densité d'orientations obtenues expérimentalement par EBSD (a) Laiton et cuivre tournée (b) Goss tournée et cube. Les lignes d'iso-densités de couleur correspondent aux orientations parentes, en noir aux orientations de macles.

3.3. Proposition d'une méthode pour l'estimation de la fraction volumique de macles

La fraction volumique de macles est un paramètre prépondérant dans la déformation de cet acier à effet TWIP, nécessaire tant à la compréhension qu'à la prévision de son comportement. Néanmoins, la fraction maclée est très difficile à estimer. Plusieurs auteurs ont essayé de quantifier la fraction volumique de macles dans des alliages fcc à faible énergie de faute d'empilement [ASG97][ALL02][REM78] à partir d'observations en microscopie optique, utilisant des considérations morphologiques sur la macle [FUL53]. Des travaux actuellement en cours à l'ESRF [COL07a][COL07b] sur l'alliage Fe-22Mn-0.6C tentent de déconvoluer les différentes contributions plastiques (dislocations, fautes d'empilement et maclage) des largeurs de raies de diffraction. Différentes approches ont également été développées pour estimer la fraction de macles par EBSD, et appliquées à des matériaux à

gros grains [MAS02]. La fraction surfacique de macles est déduite de la cartographie EBSD, puis la fraction volumique est obtenue dans un second temps à partir d'une analyse stéréologique [FAN08]. Malheureusement, ces méthodes requièrent l'indexation de l'ensemble des macles présentes dans la microstructure, et ne peuvent dès lors par être appliquées dans le cas présent. Leurs résolutions ne sont en effet pas suffisantes par rapport aux tailles de grains du matériau de cette étude (2.6µm) et de macles (10-30nm) ainsi qu'à la difficulté à résoudre la matrice austénitique entre les macles d'un faisceau.

Dans les conditions utilisées et en raison de son pouvoir séparateur, l'EBSD permet de déterminer les orientations des grains mais que celles d'une très faible partie des macles. Ainsi la fraction totale de macles ne peut être déterminée par cette technique alors que la fraction de grains non maclés peut être évaluée. Parallèlement, l'analyse de la fonction de distribution des orientations, obtenue à partir de mesures en DRX, donne globalement les densités d'orientations du matériau indistinctement pour les grains et les macles. Ainsi, dans un domaine d'orientations donné, la différence entre la fraction volumique de matériau déterminée respectivement par DRX et par EBSD, est égale à la fraction de macles de ce domaine. Il paraît donc envisageable d'estimer la fraction de macles en discernant la contribution des grains et des macles à un domaine d'orientations en utilisant la DRX pour la détermination de la fraction volumique totale et l'EBSD pour celle des grains du domaine.

Néanmoins, cette méthode requiert un grand nombre de données obtenues par EBSD, afin d'être statistiquement représentative, et ne permet que la détermination de la fraction de macles appartenant à un domaine d'orientations spécifique.

Cette méthode a été alors appliquée à l'acier Fe-22Mn-0.6C à petits grains, déformé en traction suivant DT. L'analyse des données EBSD et DRX a montré que l'augmentation globale de l'intensité de la fibre <100>//DT est principalement due à l'activité de maclage. La détermination de la fraction de macles appartenant à ce domaine a été calculée à l'aide de la relation 3.2 :

$$FV_{DRX}^{Totale\,<100>//DT} = FV_{EBSD}^{grains\in<100>//DT} + FV^{macles\in<100>//DT} \qquad 3.2$$

La fraction volumique totale d'orientations du domaine <100>//DT est déterminée à partir des données DRX (Figure 3.17), en admettant une dispersion de 10°. La fraction volumique de grains de la fibre <100>//DT est déterminée par EBSD. Les données de quatre cartographies, identiques à celles présentées Figures 3.10 et 3.12, sont cumulées afin de diminuer les erreurs. Le contraste de bandes des grains appartenant aux orientations de la fibre <100>//DT est également de bonne qualité. Les grains les plus clairs sont les moins altérés et dans ce cas un grand nombre de pixels peut être indexé.

Appliquée à des taux de déformation de 0.4 et de 0.53 de déformation vraie, pour lesquels la texture est très marquée, la méthode permet de calculer une variation de la fraction volumique de macles (pour les domaines d'orientations Goss tournée et cube) qui va de 6% à 9%. La fraction volumique augmente donc de 3% entre 0.4 et 0.53 de

déformation vraie, valeur qui semble cohérente avec les observations microstructurales que nous avons effectuées. Cette méthode, appliquée à l'ensemble des mesures expérimentales, nous donne une estimation de l'évolution de la fraction de macles avec la déformation (Figure 3.19).

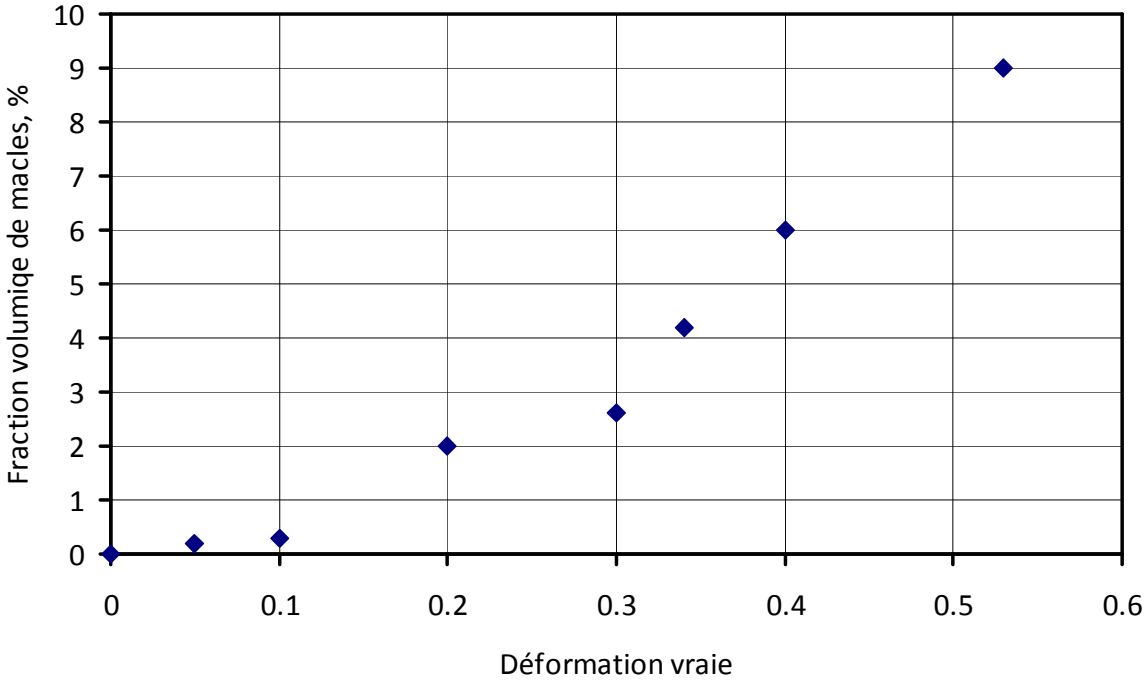


Figure 3.19 Estimation de l'évolution de la fraction de macles avec la déformation en traction DT.

Les valeurs obtenues par cette méthode sont bien évidemment entachées d'erreurs et ne donnent pas de valeur absolue de la fraction de macles, surtout aux faibles taux de déformation pour lesquels l'erreur est d'autant plus grande que la texture est peu prononcée. Néanmoins, ces valeurs dévoilent la tendance de l'évolution de l'activité de maclage. De plus, ces valeurs sont voisines des mesures obtenues par Allain [ALL02][ALL04b] par une autre méthode indirecte, sur un matériau de même composition chimique mais ayant une taille de grains plus grande. Les résultats d'Allain et al. donnent la fraction de macles à environ 15% à 0.4 de déformation vraie en traction. Comme il est courant d'observer une augmentation de la fraction maclée avec la taille des grains, les résultats ainsi obtenus semblent donc être en bon accord.

4. Influence de la microstructure initiale sur la réponse en traction uni-axiale

Dans la première partie de ce chapitre, nous avons montré que l'acier TWIP Fe-22Mn-0.6 présente des différences de comportement mécanique en traction uni-axiale suivant la direction de sollicitation (DT et DL) et la taille de grains. Plus particulièrement, l'évolution de l'écrouissage normalisé est affectée par la direction de traction. Dans cette partie, nous tentons d'expliquer les différences observées à l'aide de l'analyse approfondie des évolutions de microstructure et de texture.

4.1. Influence de la direction de traction

Pour la nuance à petits grains, le comportement mécanique en traction suivant DL et DT a été décrit §1.3. De légères différences de l'évolution de l'écrouissage normalisé sont observées (Figure 3.2). L'écrouissage est notamment plus élevé dans le cas DL jusqu'à environ 0.3 de déformation vraie. De plus, le stade B, où débute du maclage efficace, est déclenché plus tôt.

4.1.1. Evolutions de texture suivant la direction de traction

Pour comparer les évolutions de texture en fonction de la direction de sollicitation, nous avons effectué un changement de repère afin de décrire les orientations dans le repère de sollicitation (X=TU,Y,Z) (TU- traction uni-axiale). La notation {hkl}<uvw> utilisée pour décrire les orientations principales caractérise à présent le plan {hkl} parallèle au plan de traction et la direction <uvw> la direction parallèle à la direction de traction.

La Figure 3.20 présente l'évolution de texture pour les deux directions de traction. La représentation est limitée aux coupes de la section φ_2=45° de la FDO (Figure 3.20a traction DT, Figure 3.20b traction DL). Du fait du changement de repère, les angles d'Euler associés aux orientations favorisées par la traction DT changent par rapport à ceux de la Figure 3.4. Les orientations {hkl}<uvw> favorisées par la traction DT décrites dans le repère (X=TU=DT,Y,Z) deviennent les orientations laiton tournée {110}<111> et cuivre {112}<111>. Elles font partie de la fibre <111>//TU (direction de traction uni-axiale). Les orientations minoritaires décrites dans le repère (X=TU=DT,Y,Z) deviennent les orientations cube {001}<001> (ne changent pas du fait de sa symétrie à 90°) et Goss {110}<100>. Elles font partie de la fibre <100>//TU. L'évolution des indices de texture dans les deux cas est donnée Figure 3.21.

Comme nous l'avons mis en évidence précédemment, la traction favorise la formation des fibres <111> et <100> dans la direction de sollicitation, avec des renforcements autour des orientations particulières suivantes de la section φ_2=45° de la FDO :

- laiton tourné {110}<111> et cuivre {112}<111> (orientations majoritaires)
- cube {001}<001> et Goss {110}<100> (orientations minoritaires)

Cependant, la mise en place de ces composantes de déformation et leurs densités respectives en fonction du taux de déformation varient suivant la direction de traction. Ainsi l'orientation laiton tournée apparait plus rapidement et se renforce davantage avec la déformation en traction DT qu'en traction DL. L'inverse se produit pour les orientations cuivre et Goss.

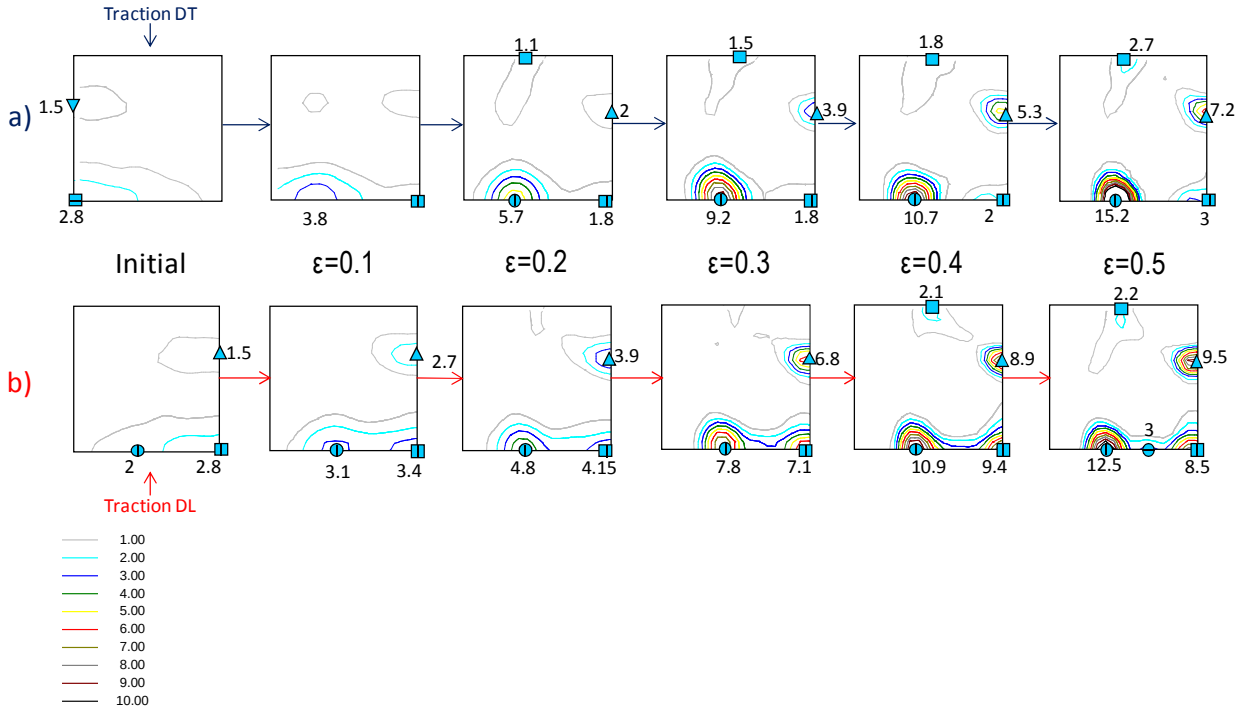


Figure 3.20 Sections φ_2=45° de la FDO décrivant les évolutions de texture en traction uni-axiale suivant DT et DL.

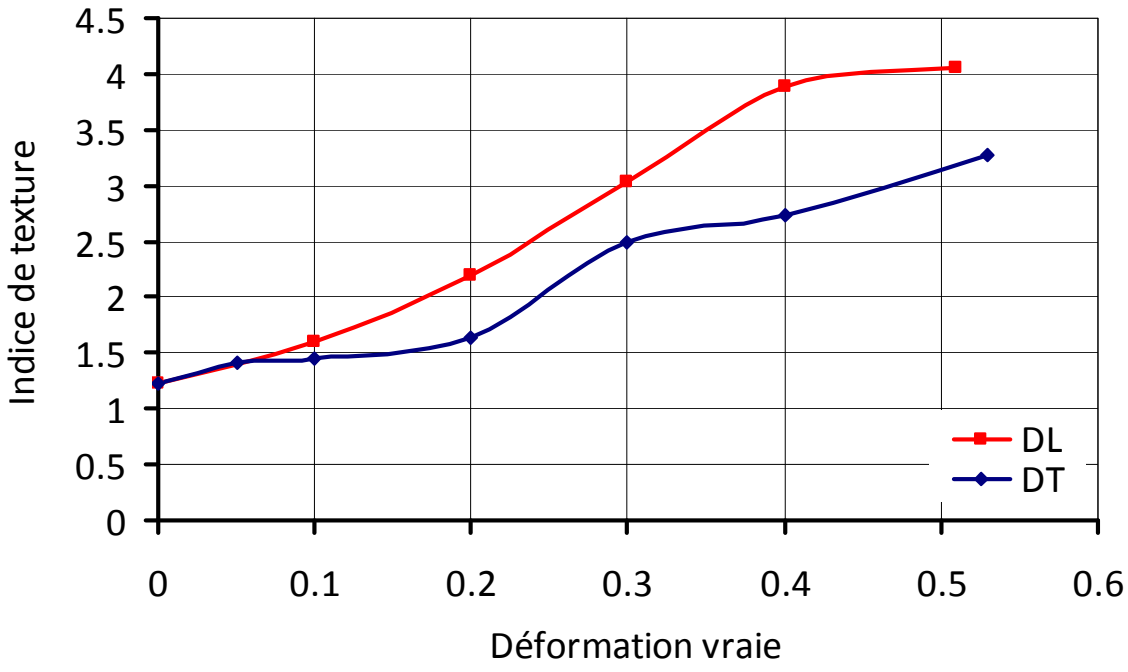


Figure 3.21 Evolution de l'indice de texture avec la déformation pour les essais de traction suivant DT (bleu) et DL (rouge).

Ces différences de comportement sont liées à l'anisotropie induite par la texture et à la direction de sollicitation. En effet, même si la texture initiale est peu marquée, elle présente cependant des différences de densités d'orientations suivant les directions DT et DL (Figures 3.20a-b état initial). Par conséquent, les rotations cristallines nécessaires pour développer les orientations stables de déformation sont plus faibles pour :

- les orientations cuivre et Goss en traction DL
- l'orientation laiton tournée en traction DT

De plus, la situation de la texture initiale dans le cas de la traction DL engendre la formation d'une densité d'orientation autour de la composante laiton, qui n'est pas observée pour la sollicitation suivant DT (Figures 3.20a-b à 0.5 de déformation vraie).

Par ailleurs, l'acuité de texture est toujours plus importante dans le cas de la traction DL (Figure 3.21). L'évolution de l'indice de texture est plus régulière pour la traction DL, illustrant ainsi que la texture initiale contient déjà les composantes de la texture de déformation. Dans le cas DT, cette évolution se déroule par étape. De 0 à 0.2 de déformation vraie, la texture initiale est modifiée et tend vers une texture présentant des orientations stables. C'est à partir de 0.2 de déformation vraie que la texture est stabilisée autour de ces orientations, permettant ainsi un renforcement des orientations principales de déformation.

4.1.2. Evolution de la microstructure de maclage

L'étude détaillée de la traction DT a montré la forte dépendance entre l'orientation cristallographique et l'activation préférentielle du maclage par rapport au glissement. Il s'agit donc d'analyser si les différences dans l'évolution de la texture en traction DT ou DL modifient l'activité de maclage et par conséquent le comportement mécanique.

Les Figures 3.22a et 3.22b présentent les microstructures et microtextures après une traction DT et DL à respectivement 0.2 et 0.5 de déformation vraie. Les orientations sont toujours décrites dans le repère (X=TU,Y,Z). Le code de couleur de la cartographie d'orientation est celui du triangle standard repérant la direction de traction uni-axiale TU dans le repère du cristal cubique. Ainsi les grains d'orientations laiton tournée {110}<111> et cuivre {112}<111> sont en bleu et les grains d'orientations cube {001}<001> et Goss {110}<100> sont en rouge. Les grains verts ont des orientations dans la fibre <110>//TU (incluant les composantes Goss tournée et cuivre tournée présentes initialement en traction DT).

A 0.2 de déformation vraie, l'activité de maclage est encore faible (Figure 3.22a) pour la traction DT, comme cela a été analysé précédemment. Les faisceaux de macles sont peu denses. Peu de macles peuvent ainsi être mesurées par EBSD. A ce niveau de déformation, la texture de déformation n'est pas encore très marquée. Les composantes de la fibre <111>//TU, qui sont favorables au maclage, sont très peu présentes dans le matériau. Des orientations résiduelles de la texture initiale sont encore visibles dans la microstructure (grains verts, orientations Goss tournée et cuivre tournée). En traction DL, la texture est plus marquée pour la même déformation. On observe une activité de maclage plus importante dans les grains de la composante <111>//TU (faisceaux de macles plus épais dont les orientations sont mesurables en EBSD) que dans les grains de la composante <100>//TU, comme également observé précédemment en traction DT à des taux de déformation plus importants lorsque les composante de déformation sont marquées. Les grains ayant l'orientation laiton, dont la direction <112> est parallèle à la direction de traction, présentent également des macles. Les orientations stables sont déjà majoritairement présentes dans le matériau, résultant en une microstructure de maclage plus prononcée que dans le cas de la traction DT.

Après 0.5 de déformation vraie, l'activité de maclage est très importante et la texture très prononcée à la fois en traction DT et DL (Figure 3.22b). La microstructure observée pour la traction présente les mêmes caractéristiques que celles déjà observées lors de la traction DT, avec notamment la présence de nombreuses zones de localisation de la déformation et la formation de sous-joints de fortes désorientations. Mais il est difficile de différencier les deux microstructures en termes d'activité de maclage. Néanmoins, les cartographies d'orientations nous permettent de distinguer des faisceaux de macles indexés plus épais

dans le cas de la traction DL, résultant visiblement en une fraction de macles plus importante.

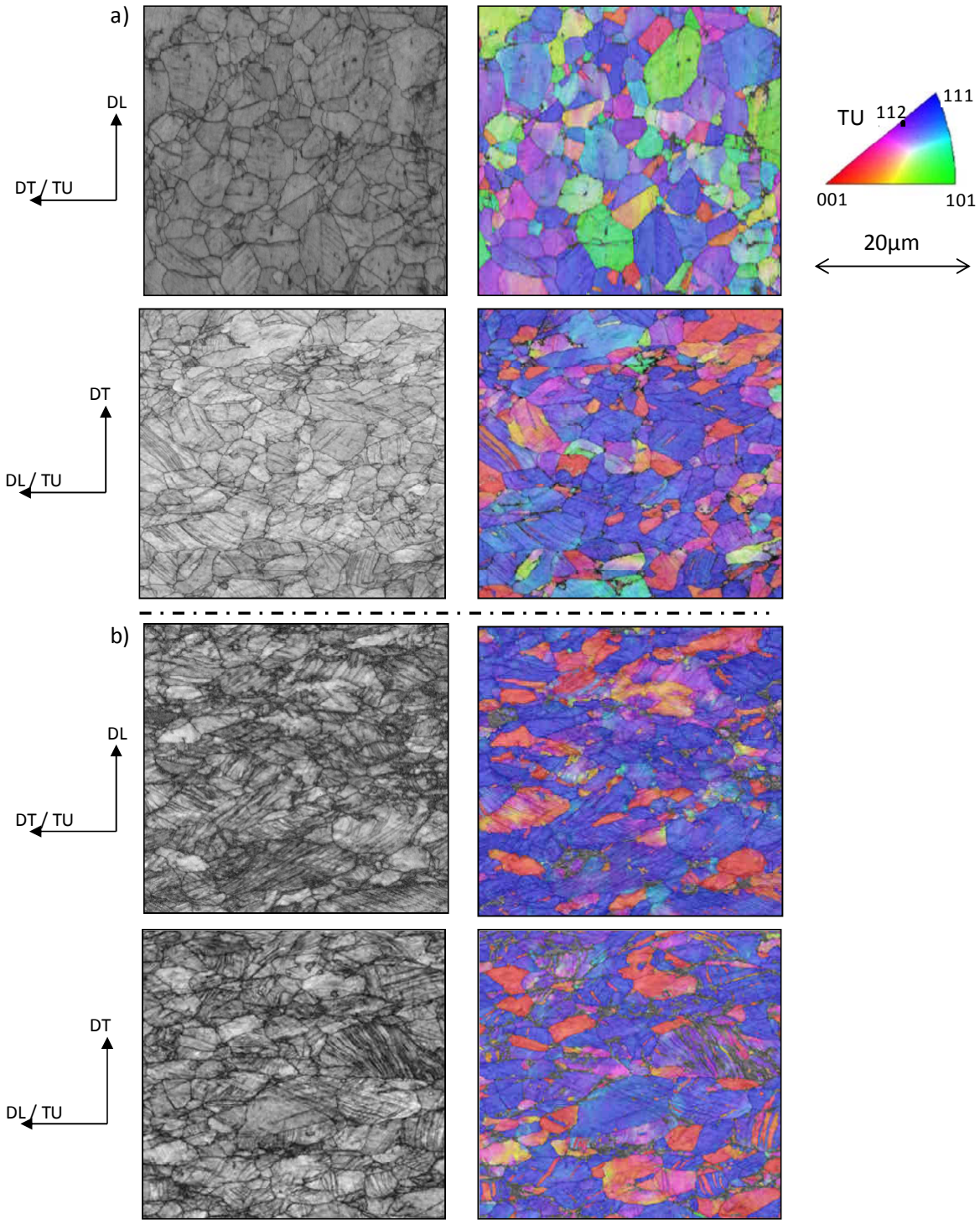


Figure 3.22 Cartographie EBSD des échantillons déformés en traction DT et DL. (a) 0.2. (b) 0.5 de déformation vraie (respectivement, indexation=86%, 88%, 68%,70%).

4.1.3. Influence de la texture en traction DT/DL sur l'activité de maclage et sur l'écrouissage

Les analyses EBSD nous ont permis de mettre en évidence les différences entre les activités de maclage pour les tractions DT et DL. Le matériau sollicité suivant DL présente, tout au long de la déformation, une fraction de macles (visibles en EBSD) plus importante que celle relative à la traction DT.

Ce résultat est confirmé par l'analyse du facteur de Schmid calculé en fonction des orientations locales. La table 3.3 donne les valeurs maximales du facteur de Schmid associées au glissement et au maclage pour les composantes principales de déformation, décrites dans le repère de traction. Ce facteur permet de montrer qu'un mécanisme est statistiquement plus probable que l'autre en fonction de l'orientation du grain considéré. Les orientations permettant plus facilement le maclage que le glissement sont, suivant l'axe de sollicitation et le niveau de déformation :

- les orientations Goss tournée et cuivre tournée pour la traction DT en début de déformation
- les orientations laiton tournée et cuivre pour les tractions DT et DL
- l'orientation laiton pour la traction DL. Le facteur de Schmid de cette orientation est plus élevé pour le glissement. Néanmoins, son facteur est également élevé pour le maclage. De plus, les observations EBSD montrent que les grains appartenant à cette orientation activent des macles. Elle est donc comptabilisée comme favorable au maclage.

Les orientations cube et Goss sont dans les deux cas favorables au glissement.

En considérant les composantes principales de déformation, nous pouvons donc estimer la proportion des volumes cristallins ayant des orientations favorables au maclage ou au glissement pour les deux essais de traction par exploitation des ODFs obtenues par DRX. Ces fractions sont représentées sur la figure 3.23.

Conformément à nos observations microstructurales, la fraction d'orientations favorables au maclage dans le cas de la traction DL est nettement supérieure par rapport à la traction DT, atteignant près de 55% en fin de déformation contre 38% pour DT. L'apparition d'orientations permettant préférentiellement le maclage mécanique est donc favorisée dans le cas de la traction suivant DL. L'augmentation de la proportion de ces orientations est continue dès le début de la déformation. La fraction totale maclée résultante est donc légèrement plus importante en traction DL que DT, en raison de l'anisotropie de texture. Pour la traction DT, le changement de texture menant à la disparition des orientations Goss tourné et cuivre tourné conduit ainsi à une diminution des orientations favorables au maclage en début de déformation.

En se basant sur la méthode proposée en §3.3, nous pouvons estimer la fraction volumique de macles dans le cas de la traction DL. Les orientations des macles dans les

grains d'orientations laiton tournée, cuivre et laiton se projettent sur les orientations Goss et cube. En combinant les mesures obtenues en DRX et en EBSD, nous pouvons évaluer l'évolution de la fraction de macles. Le résultat de ce calcul est présenté Figure 3.24. Ce calcul confirme à nouveau que la traction DL conduit à une fraction maclée plus importante.

Ces différences microstructurales conduisent à des différences dans les variations du coefficient d'écrouissage normalisé au cours de la déformation. Le début du stade B, marquant le déclenchement du maclage efficace, intervient dans le cas DL pour une déformation très légèrement supérieure à celle observée en traction DT. Les analyses effectuées au MET ont montré que le maclage apparaît à 0.02 de déformation vraie pour la traction DT (Figure 3.6), stoppant ainsi la chute d'écrouissage du stade A. Ce mécanisme de déformation est en effet plus favorisé dans le cas DT que dans le cas DL par la présence des orientations Goss tournée et cuivre tournée, très favorables au maclage (table 3.3). Néanmoins, pour des taux de déformation allant jusqu'à 0.25 de déformation vraie, l'écrouissage est plus élevé en traction DL. Cet effet peut être lié au changement de texture observé lors de la traction DT. Les orientations initiales (Goss tournée et cuivre tournée) ne sont pas consolidées par la déformation et sont appelées à disparaître rapidement. De plus, la traction DL permet le renforcement des orientations favorables au maclage dès le début de déformation.
Au-delà de 0.25 de déformation vraie, les deux courbes d'écrouissage sont très proches et commencent à décroître de manière prononcée à partir de 0.3 de déformation vraie. Bien que la fraction maclée soit supérieure dans le cas DL, le coefficient d'écrouissage à ce stade de la déformation ne peut être maintenu à une valeur élevée par l'activité de maclage. De la même manière que pour la traction DT, la multiplication des zones de localisation de la déformation accélère la chute de l'écrouissage, conduisant à des variations identiques dans les deux cas.

La faible anisotropie de la texture initiale est néanmoins à l'origine des différences de textures et de microstructures observées en fonction de l'axe de sollicitation en traction. L'essai suivant DL permet le développement plus important d'orientations favorables au maclage.

Symbole	Composante de texture	{hkl}<uvw>	Angles d'Euler	Facteur de Schmid Glissement	Maclage
◫	Goss	{110}<001>	90°/90°/45°	0.41	0.23
△	Cuivre	{112}<111>	90°/35.26°/45°	0.27	0.31
⊖	Laiton	{110}<112>	55°/90°/45°	0.41	0.39
◐	Laiton tournée	110}<111>	35.26°/90°/45°	0.27	0.31
▽	Cuivre tournée	{112}<110>	0°/35.26°/45°	0.41	0.47
⊟	Goss tournée	{110}<110>	0°/90°/45°	0.41	0.47
□	Cube	{001}<100>	45°/0°/45°	0.41	0.23

Table 3.3 Orientations cristallographiques principales {hkl}<uvw>, angles d'Euler décrivant l'orientation dans le repère (X=TU,Y,Z) et les valeurs des facteurs de Schmid maximums associés pour le glissement et le maclage

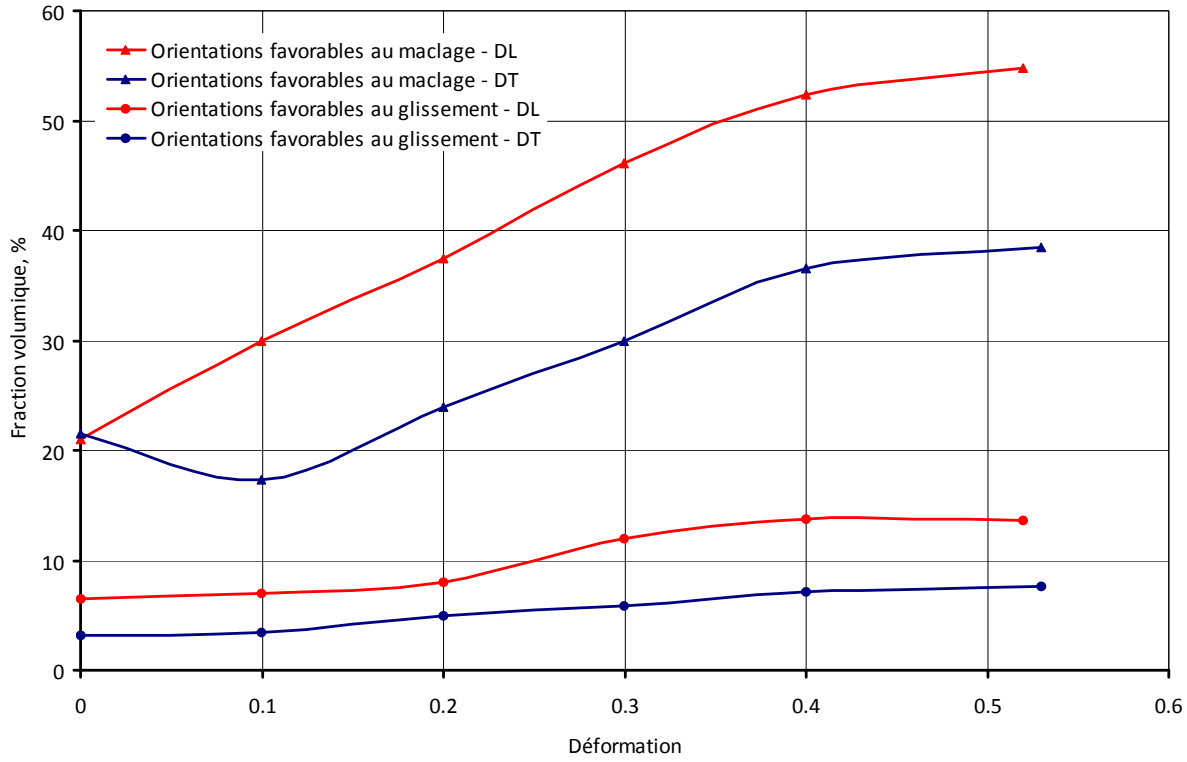


Figure 3.23 Evolution avec la déformation de la fraction volumique d'orientations favorables au maclage et au glissement pour la traction DL et DT.

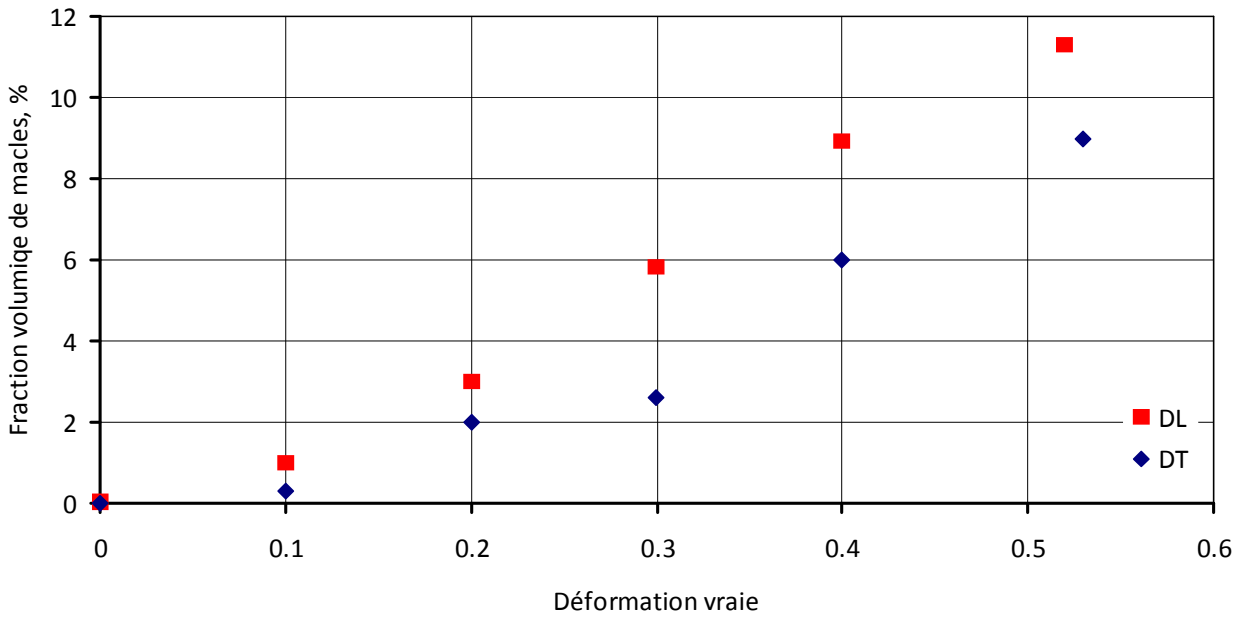


Figure 3.24 : Estimation de l'évolution de la fraction de macles avec la déformation en traction DT et DL.

4.2. Influence de la taille de grain

Nous avons vu que les courbes contrainte-déformation dépendent de la taille des grains. On observe une diminution de la contrainte d'écoulement avec l'augmentation de la taille de grain (Figure 3.3). Par ailleurs, l'évolution de l'écrouissage normalisé est également sensible à la taille des grains. On observe notamment le décalage du début du stade B vers des déformations plus importantes lorsque la taille des grains croît. Afin d'analyser ces différences de comportement, les microstructures d'échantillons avec des tailles moyennes de grains respectivement de 2.6µm et 15µm ont été étudiées dans le cas de la traction suivant DL (TU=DL).

4.2.1. Effet de la taille de grains sur les évolutions de texture

Les textures à 0.52 de déformation vraie pour les deux échantillons sont présentées Figure 3.25. Comme déjà signalé, les textures de déformation en traction sont caractérisées par une fibre intense <111>//TU et une fibre <100>//TU moins prononcée. Néanmoins, l'intensité de ces deux fibres diminue avec l'augmentation de la taille de grain. Par conséquent, la texture est plus marquée pour le matériau à petits grains (IT=4.06) que pour le matériau à gros grains (Indice de Texture IT=2.34).

Selon la taille des grains les composantes principales de textures présentent des caractéristiques différentes. Les fractions volumiques des différentes composantes sont indiquées Figure 3.26. Pour le matériau à petits grains, la fibre <100> est principalement composée des orientations Goss et cube. Pour le matériau à gros grains, nous retrouvons bien l'orientation cube, légèrement plus intense. Dans le cas de l'orientation Goss, la densité d'orientations la plus élevée est centrée autour d'une nouvelle composante, la cuivre-maclée, résultant du maclage des grains appartenant à l'orientation cuivre [VER04]. L'analyse EBSD nous permet de confirmer l'origine de cette composante.

Ainsi, dans la texture du matériau à gros grains, les orientations générées par maclage mécanique sont davantage visibles. Cela suggère une augmentation de la fraction de macles avec celle de la taille de grain. Les analyses EBSD nous ont permis de confirmer ce point.

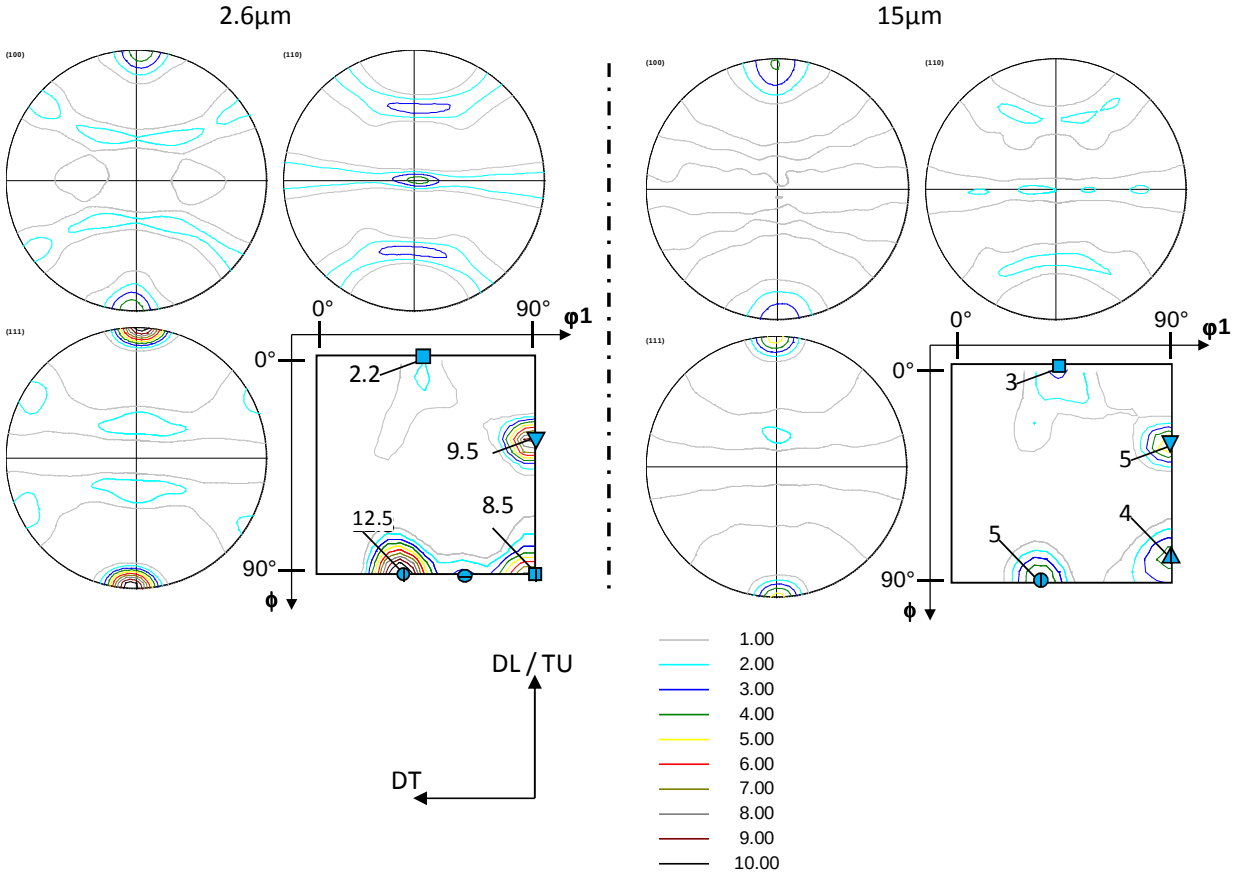


Figure 3.25 Figures de pôles recalculées {100}{110}{111} et sections à φ_2=45° de la FDO relatives aux matériaux à petits et gros grains (respectivement 2.6µm et 15µm), déformés en traction DL à 0.52 de déformation vraie.

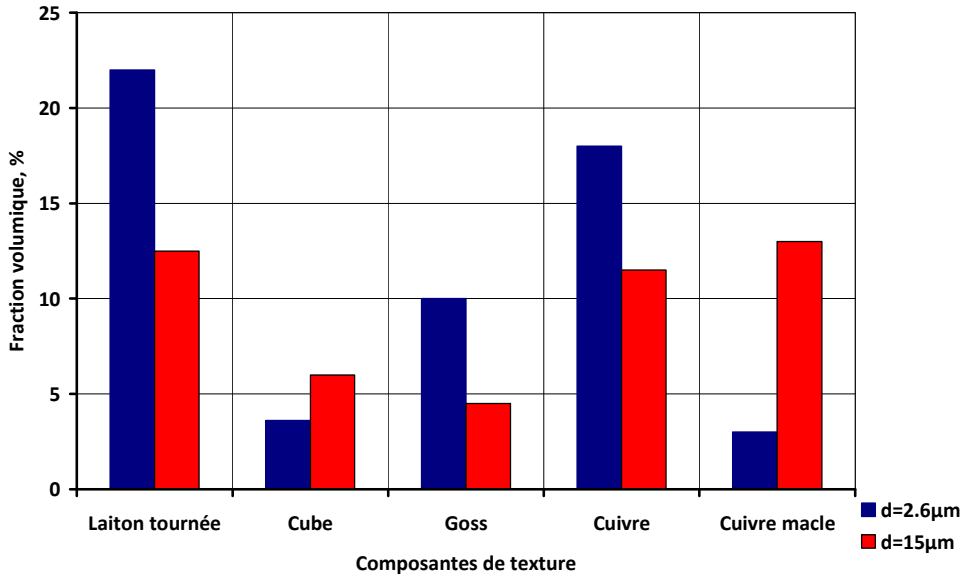


Figure 3.26 Fractions volumiques des orientations de la section à φ_2=45° de la FDO pour les matériaux à petits et gros grains (respectivement 2.6µm et 15µm).

4.2.2. Effet de la taille de grains sur les évolutions de microstructure

Les analyses EBSD sur les deux matériaux déformés en traction à 0.52 de déformation vraie (rupture de l'échantillon) sont présentées Figure 3.27. Deux différences majeures sont observées suivant la taille moyenne de grains, notamment en termes d'activité de maclage. D'un point de vue général tout d'abord, l'ensemble des cartographies réalisées sur le matériau à gros grains montrent que l'activation d'un second système de maclage est beaucoup plus fréquente. Par ailleurs, les faisceaux de macles sont plus denses avec l'augmentation de la taille de grains, de même les macles sont plus épaisses. Une étude détaillée du matériau à gros grains [ALL04b] a montré que l'épaisseur des macles mécaniques est comprise entre 50nm et 100nm. L'étude menée au MET sur le matériau à petits grains (§2.1 et 2.2) a montrée que l'épaisseur maximale des macles est de 30nm.

Les macles du matériau à gros grains sont alors facilement mesurables par EBSD, comme nous pouvons le voir sur la Figure 3.27. La cartographie présentée a été réalisée avec un pas de déplacement de 60nm (contre 200nm pour la Figure 3.25). Sur le contraste de bandes (Figure 3.27a), les macles constitutives des faisceaux peuvent être distinguées individuellement dans certains cas. Sur la cartographie d'orientations (Figure 3.27b), un très grand nombre de macles ou de faisceaux a pu être indexé. Le grain central de la cartographie, ayant l'orientation laiton tournée, présente un taux de maclage très important comparativement à un grain de la même orientation du matériau à petits grains. Les joints de macles sont dès lors très facilement identifiés lors de la mesure EBSD, comme nous pouvons le voir sur la Figure 3.27c, où ils sont tracés en rouge. Le profil de désorientation

tracé Figure 3.27d présente donc un très grand nombre de pics correspondant à de désorientations à 60°.

La fraction maclée totale résultante, estimée à partir de la méthode présentée §3.3, est de 14% dans le cas du matériau à gros grains, confirmant ainsi bien nos observations microstructurales en EBSD. La fraction de macles obtenue pour la même déformation dans le cas du matériau à petits grains a été estimée à 11%.

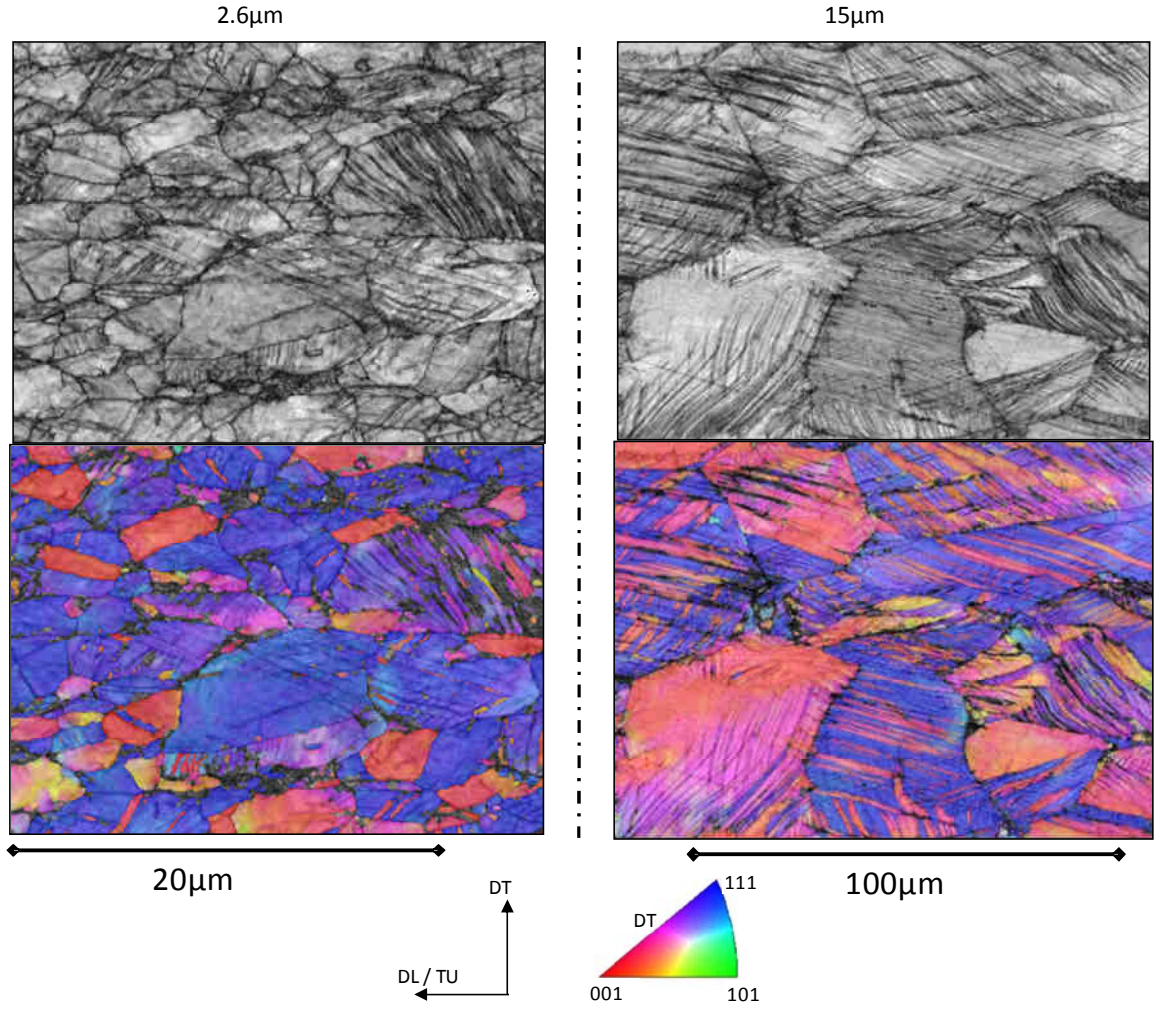


Figure 3.27 Cartographie EBSD des échantillons déformés à 0.53 de déformation vraie (rupture) en traction DL pour les matériaux à petits et gros grains (respectivement 2.6µm et 15µm, indexation=70%, 92%).

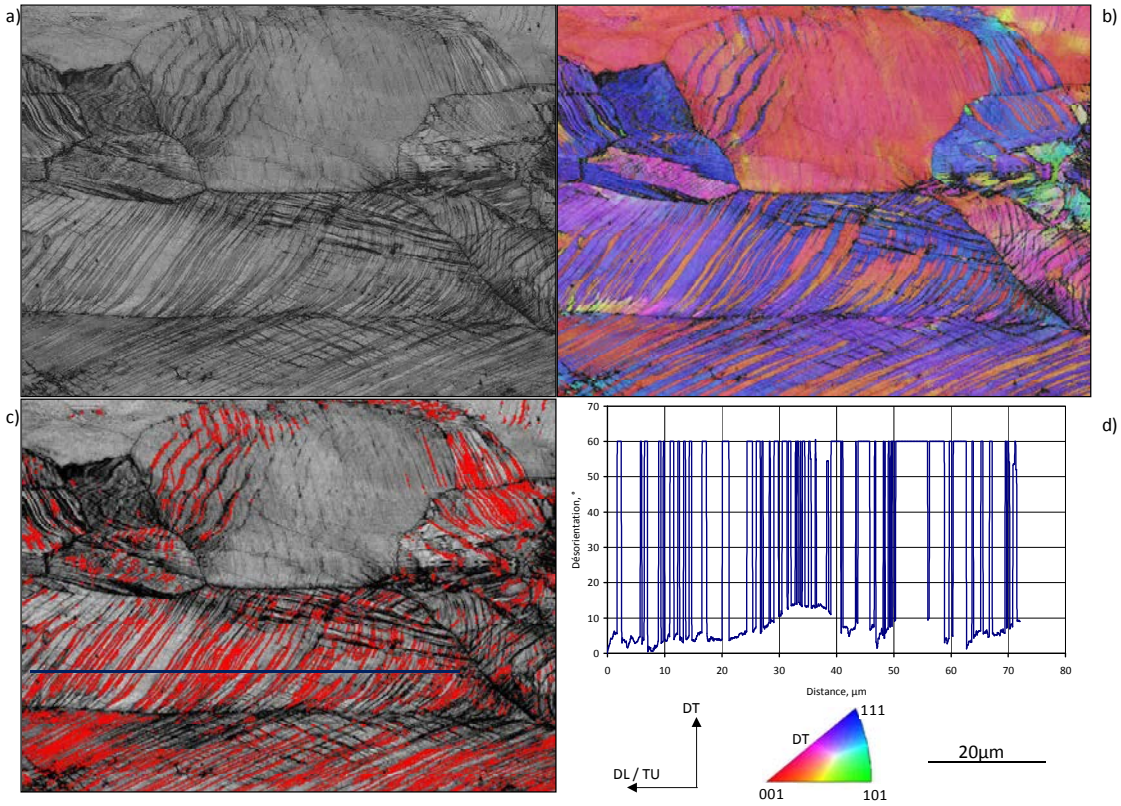


Figure 3.27 Cartographie EBSD de détail (pas de déplacement=60nm) réalisée sur le matériau à gros grains déformé en traction à 0.53 de déformation équivalente. (a) Contraste de bandes. (b) Orientations de la figure de pôles inverse. (c) Joints de type Σ3 (désorientation de 60° autour de <111>) en rouge. (d) Profil de désorientation relatif à (c) (Indexation=89%).

4.2.3. Influence de la taille de grains sur l'écrouissage

L'étude du comportement mécanique a montré que l'augmentation de la taille de grains décale le stade B vers des déformations plus importantes (Figure 3.3). L'analyse détaillée de la traction en DT a montré que ce stade d'écrouissage correspond à l'activation du maclage en proportion suffisante pour augmenter le taux d'écrouissage (on parle de 'maclage efficace'). Par conséquent, nous pouvons conclure que le maclage efficace apparait pour des déformations plus élevées dans le cas de matériaux à gros grains.

Intéressons-nous à présent à la contrainte macroscopique correspondant au début du stade B pour l'ensemble des tailles de grains étudiées. La Figure 3.28 montre que la contrainte macroscopique au début du stade B est pratiquement constante. En effet, pour l'ensemble des tailles de grain étudiées, cette contrainte est proche de 540MPa. On peut donc supposer que sur la gamme de variation de la taille de grains (2.6µm à 20µm), la cission critique pour activer le maclage (et en particulier le maclage efficace) varie peu. Pourtant, il a souvent été reporté dans la littérature que la cission critique d'activation du maclage

augmente avec la diminution de la taille de grain. Ainsi dans le cas de matériaux avec des tailles de grains nanométriques le maclage peut ne pas se produire. Il faut cependant rappeler que la dispersion de la taille des grains est large dans le matériau à petit grains (2.6µm) (Annexe B, Figure B.3). Par ailleurs, les études microstructurales menées par EBSD (Figure 3.10) montrent que les premières macles se forment dans les grains les plus gros, le critère de taille de grain étant prépondérant au début de la déformation par rapport à l'orientation. Cela explique que la contrainte nécessaire à l'activation du maclage efficace ne varie pas beaucoup en fonction des tailles de grains étudiées.

Par ailleurs, nous avons montré que l'augmentation de la taille de grains conduit à une diminution de la contrainte d'écoulement plastique (effet Hall-Petch – Figure 3.3). La contrainte de 540MPa est alors atteinte pour des niveaux de déformation qui augmentent avec la taille de grains. Ceci explique le décalage du début du stade d'écrouissage B vers des déformations supérieures. Bouaziz [BOU08] a récemment proposé un modèle décrivant l'effet de la taille de grains sur les mécanismes d'écrouissage des aciers à effet TWIP. Les résultats de ce modèle suggèrent également que la déformation à l'initiation du maclage efficace augmente avec la taille de grains alors que la contrainte correspondante est constante.

Ainsi, le niveau d'écrouissage est plus élevé en début de déformation pour un matériau à petits grains (Figure 3.3). Cet effet est d'autant plus renforcé que la texturation du matériau augmente avec la diminution de la taille de grains, favorisant à travers le développement de la fibre <111>//TU l'activité de maclage. Néanmoins, le niveau d'écrouissage du matériau à gros grains rattrape celui du matériau à petits grains lorsque la déformation augmente (Figure 3.3), vers environ 0.25-0.3 de déformation équivalente. Bien que le matériau à gros grains ait commencé à macler plus tard, la fraction de macles devient plus importante, contribuant ainsi à augmenter l'écrouissage.

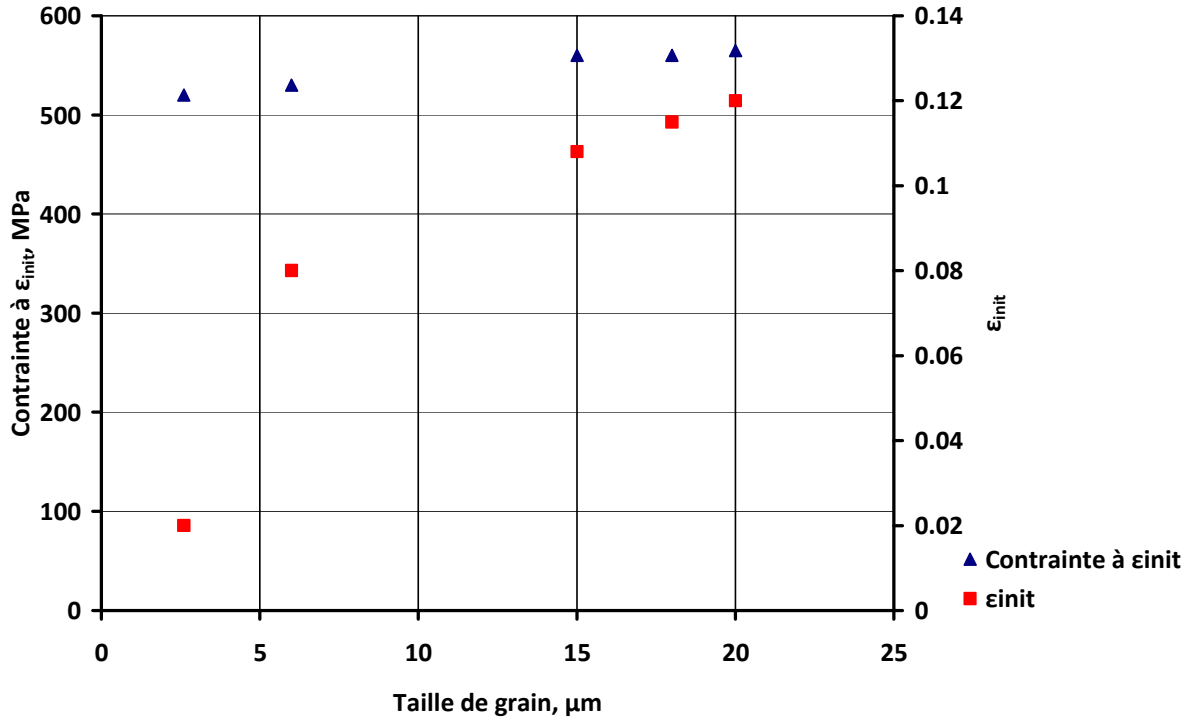


Figure 3.28 Evolution de la contrainte macroscopique et de la déformation à l'initiation du stade B d'écrouissage, en fonction de la taille de grain.

5. Conclusion

L'acier à effet TWIP Fe-22Mn-0.6C à petits grains présente des propriétés mécaniques remarquables en traction (A%>60%, Rm>1000MPa) grâce à l'écrouissage qui est maintenu élevé sur l'ensemble de la déformation. Néanmoins l'écrouissage présente différents stades en fonction de la déformation.

Afin de comprendre le rôle de la texture et de la microstructure de maclage sur l'écrouissage et son évolution, une campagne de caractérisation microstructurale poussée a été menée. Cette dernière a été d'autant plus délicate que la taille de grains était petite, *i.e.* 2.6µm. Par conséquent, nous avons eu recours à la microscopie électronique en transmission pour examiner la microstructure de maclage dans les premiers instants de déformation. Par ailleurs, nous avons mis en œuvre la technique EBSD associée au MEB FEG pour obtenir des résultats statistiquement plus fiables de la texture locale en lien avec les mécanismes de déformation actifs. A notre connaissance, il n'existe pas dans la littérature d'étude aussi poussée en EBSD pour analyser la microstructure des aciers TWIP. L'évolution de la texture macroscopique a, quand à elle, été déterminée par DRX.

La technique EBSD s'est révélée être un outil très efficace dans la caractérisation de la microstructure de maclage, même sur le matériau à grains fin, et complémentaire au MET. L'ensemble des résultats microstructuraux ainsi obtenus ont permis d'interpréter le comportement mécanique du matériau en traction, et plus particulièrement l'évolution de l'écrouissage normalisé. Nous avons montré que les différents stades d'écrouissage sont liés

à des caractéristiques particulières de la microstructure et de la texture. En particulier, le stade B correspond à l'activation du maclage efficace, apparaissant très tôt dans la déformation. L'interaction macles-dislocations résulte en une augmentation de l'écrouissage lors de ce stade. Dans la suite de la déformation, le maintien de l'écrouissage à un niveau élevé est permis par l'activation d'un second système de maclage et à une évolution de texture favorisant ce mécanisme de déformation au sein du polycristal.

En effet, l'analyse conjointe de la texture macroscopique (DRX) et locale (EBSD) a mis en évidence la forte dépendance du maclage à l'orientation cristalline, et plus particulièrement à l'importance de la fibre <111>//TU. Celle-ci se renforce en continue durant la déformation, favorisant ainsi le maclage et l'effet TWIP. Le contrôle de la texture permet donc celui de l'activité de maclage et des propriétés mécaniques. La plus grande attention doit dès lors être portée à la texture de déformation lors de la mise en forme afin d'optimiser l'effet TWIP.

La complémentarité des données obtenues en DRX et en EBSD a également permis de proposer une méthode d'estimation de la fraction de macles. Celle-ci, basée sur la différenciation des contributions des grains et des macles dans un domaine d'orientations donné, nous a permis d'estimer à 9% la fraction de macles générée lors de la traction DT.

Enfin, les différences observées dans l'évolution de l'écrouissage normalisé en fonction de la microstructure initiale (texture et taille de grain) ont été interprétées en termes d'évolutions microstructurales :

- Du fait de la faible anisotropie de la texture initiale, la traction suivant l'axe DL favorise plus qu'en DT la formation de la fibre <111>//TU, favorable au maclage. Il en résulte une fraction de macles plus importante, ainsi qu'un écrouissage plus élevé.

- Une augmentation de la taille moyenne de grains entraîne un retard dans l'apparition du maclage au cours de la déformation. La contrainte macroscopique d'activation du maclage est indépendante de la taille de grains et est atteinte pour une déformation plus importante lorsque la taille de grains augmente du fait de l'effet Hall-Petch.

L'ensemble des analyses ainsi réalisées nous permet d'envisager l'étude du comportement de l'acier lors de sollicitations complexes. De plus, ces données expérimentales vont servir au développement et à la validation d'un modèle micromécanique polycristallin à base physique.

6. Références bibliographiques

[ADL86] Adler P.H., Olson G.B., Owen W.S., Strain hardening of Hadfield manganese steel, Metallurgical and Materials Transactions A, 17, p.1725-1737 (1986)

[ALL02] Allain S., Château J.P., Bouaziz O., Legros M., Garat X., Characterization of the mechanical twinning microstructure in a high manganese content austenitic steel, Proceeding of the International Conference on TRIP-Aided High Strength Ferrous Alloys , Ghent, Belgium (2002)

[ALL04a] Allain S., Château J.P., Bouaziz O., Migot S., Guelton N., Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys, Materials Science and Engineering, 387, p.158-162 (2004)

[ALL04b] Allain S., Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse – Application à l'effet TWIP, thèse de l'INPL (2004)

[ASG97] Asgari S., El-Dabaf E., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Strain hardening regimes and microstructural evolution during large strain compression of low stacking fault energy fcc alloys that form deformation twins, Metallurgical and Materials Transactions A, 28A, p.1781-1795 (1997)

[BRA07] Bracke L., Penning J., Akdut N., The Influence of Cr and N Additions on the Mechanical Properties of FeMnC Steels, Metallurgical and Materials Transactions A, 38A, p.520-528 (2007)

[BOU08] Bouaziz O., Allain S., Scott C., Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels, Scripta Materialia, 58-6, p.484-487 (2008)

[CHR95] Christian J.W., Mahajan S., Deformation twinning, Progress in Materials Scien*ce,* 39, p.1-157 (1995)

[COL07a] Collet J. L., Bley F., Deschamps A., de Monestrol H., Berar J.F., Scott C., The deformation mechanisms of TWIP steels (Fe-Mn-C) viewed by X-ray diffraction, Solid State Phenomena, 130, p.53-56 (2007)

[COL07b] Collet J. L., Bley F., Deschamps A., Scott C., Study of the deformation mechanisms of TWIP steels (Fe-Mn-C) by X-Ray diffraction, Advanced Materials Research, 15-17, p.822-827(2007)

[DAS81] Dastur Y.N., Leslie W.C., Mechanism of work hardening in Hadfield manganese steel, Metallurgical and Materials Transactions A, 12, p.749-759 (1981)

[DUG78] Duggan B.J., Hutchinson W.B., Hatherly M., Recrystallization studies in 70:30 brass using a high voltage electron microscope, Scripta metallurgica, 12-3, p.293-295 (1978)

[ELD99] El-Danaf E., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Influence of grain size and stacking-fault energy on deformation twinning in fcc metals, Metallurgical and Materials Transactions A, 30A, p.1223-1233 (1999)

[FAN08] Fanta A.B., Zaefferer S, Relationship between microstructure and texture evolutions during cold deformation of TWIP steels, Proceedings of the 15th international conference on textures of materials, ICOTOM 15, Pittsburgh, USA (2008)

[FUL53] Fullman R.L., Measurement of particule sizes in opaque bodies, Transactions of the American institute of mining and metallurgical engineers, 197, p.447-452 (1953)

[HAL51] Hall E.O., The deformation and ageing of mild steel: III. Discussion of results, Proceedings of the Physical Society, 64, p.747-753(1951)

[HUL61] Hull D., The initiation of slip at the tip of a deformation twin in α-iron, Acta Metallurgica, 9, p.191-204 (1961)

[HUT06] Hutchinson B., Ridley N., On dislocation accumulation and work hardening in Hadfield steel, Scripta Materialia, 55, p.299-302 (2006)

[JOR07] Jorge-Badiola D., Iza-Mendia A., Gutiérrez I., Evaluation of intragranular misorientation parameters measured by EBSD in a hot worked austenitic stainless steel, Journal of Microscopy – Oxford, 228, p.373-383 (2007)

[KAL98] Kalidindi S.R., Modeling the strain hardening response of low SFE FCC alloys, International Journal of Plasticity, 14, p.1265-1277 (1998)

[KAL01] Kalidindi S.R., Modeling anisotropic strain hardening and deformation textures in low stacking fault energy fcc metals, International Journal of Plasticity, 17, p.837-860 (2001)

[KUB03] Kubler R., Inal K., Cherkaoui M., Berveiller M., Transformation textures in unstable austenitic steel, Journal of Engineering Materials and Technology, 125, p.12-17 (2003)

[LEF90] Leffers T., Bildsorensen J.B., Intra- and intergranular heterogeneities in the plastic deformation of brass during rolling, Acta Metallurgica et Materialia, 38-10, p.1917-1926 (1990)

[LEF96] Leffers T., The brass-type texture once again, Proceeding of ICOTOM 11, International Academic Publishers, p.299-306 (1996)

[MAH73] Mahajan S, Chin GY., Twin-slip, twin-twin and slip-twin interactions in Co-8 wt.% Fe alloy single crystals Acta Metallurgica, 21-2, p.173-179 (1973)

[MAS02] Mason T.A., Bingert J.F., Kaschner G.C., Wright S.I., Larsen R.J., Advances in deformation twin characterization using electron back scattered diffraction data, Metallurgical and Materials Transactions A, 33-3, p.949-954 (2002)

[NAB92] Nabarro FRN, Dislocations in solids 9, Amsterdam: Elsevier Science (1992)

[PET53] Petch N.J., The cleavage strength of polycrystals, Journal of Iron Steel Institute, 174, p.25–28 (1953)

[PET07] Petit B., Gey N., Cherkaoui M., Bolle B., Humbert M., Deformation behavior and microstructure/texture evolution of an annealed 304 AISI stainless steel sheet. Experimental and micromechanical modeling, International Journal of Plasticity, 23, p.323-341 (2007)

[REM78] Rémy L., Kinetics of f.c.c. deformation twinning and its relationship to stress-strain behaviour, Acta Metallurgica, 26, p.443-451 (1978)

[REM81] Rémy L., The interaction between slip and twinning systems and the influence of twinning on the mechanical behavior of fcc metals and alloys, Metallurgical and Materials Transactions A, 12A, p.387-408 (1981)

[SAL02] Salem A.A., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Strain hardening of titanium: role of deformation twinning, Acta materialia, 51-14, p.4225-4237 (2003)

[SHU92] Shun T.S., Wan C.M., Byrne J.G., A study of work hardening in austenitic Fe-Mn-C and Fe-Mn-Al-C alloys, Acta Metallurgica et Materialia, 40-12, p.3407-3412 (1992)

[VER02] Verbeken K., Kestens L., Local strain heterogeneities after cold rolling of an ultra low carbon steel, Texture of Materials, Parts 1 and 2, 408-4, p.559-564 (2002)

[VER04] Vercammen S., Blanpain B., De Cooman B.C., Wollants P., Cold rolling behaviour of an austenitic Fe–30Mn–3Al–3Si TWIP-steel: the importance of deformation twinning, Acta Materialia, 52-7, p.2005-2012 (2004)

[YAN06] Yang P., Xie P., Meng L., Ding H., Tang Z., Dependence of deformation twinning on grain orientation in a high manganese steel, Scripta Materialia, 55, p.629-631 (2006)

- Chapitre 4 -

Etude des évolutions microstructurales lors de trajets complexes - Influence sur le comportement mécanique et analyse de l'effet Bauschinger

SOMMAIRE

INTRODUCTION 125

1. COMPORTEMENT EN CISAILLEMENT MONOTONE 126

1.1. Comportement mécanique 126

1.2. Evolution de la texture de cisaillement 129

1.3. Evolution de la microstructure 136

1.4. Discussion 141

2. ETUDE DU COMPORTEMENT EN CISAILLEMENT REVERSIBLE 146

2.1. Présentation des essais mécaniques 146

2.2. Analyse de l'effet Bauschinger 150

2.3. Analyse de la nature de l'écrouissage 152

2.4. Evolution de texture et de microstructure en cisaillement réversible – influence sur l'évolution de l'écrouissage normalisé 157

3. CHANGEMENTS DE TRAJET 167

3.1. Les différentes séquences de chargement mises en œuvre 167

3.2. Traction large DT / traction uni-axiale DL (α = -0.5) 170

3.3. Expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL (α = +0.5) 173

3.4. Traction plane DT / cisaillement monotone DL (α = 0) 176

3.5. Influence de la pré-déformation sur le comportement en traction et en cisaillement 178

4. CONCLUSION 180

5. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 182

INTRODUCTION

Après avoir approfondi l'étude du comportement de l'acier Fe-22Mn-0.6C en traction, nous examinons dans la première partie de ce chapitre son comportement en cisaillement et les évolutions de microstructure et de texture associées.

En comparant les résultats obtenus en traction et en cisaillement, notre objectif est d'analyser l'influence du type de trajet monotone sur les évolutions de microstructure-texture et d'en déduire les conséquences sur le comportement mécanique et en particulier l'écrouissage.

Cependant pour optimiser la mise en forme d'une tôle, la compréhension du comportement lors d'un trajet monotone est insuffisante. En effet, lors des opérations d'emboutissage, une tôle va subir différentes sollicitations, impliquant souvent des changements de trajet.

Ainsi dans la deuxième partie du travail nous étudions le comportement du matériau lors de différents changements de trajet : orthogonaux, Bauschinger et dur. Parmi l'ensemble des essais réalisés, les essais de cisaillement réversible (type Bauschinger) font l'objet d'une étude plus approfondie pour caractériser l'effet Bauschinger en liaison avec les mécanismes de déformation actifs et leurs interactions.

1. Comportement en cisaillement monotone

Nous avons pu voir dans le chapitre 3 que l'acier Fe-22Mn-0.6C présente d'excellentes propriétés mécaniques en traction. Lors d'opérations de mise en forme, le matériau est également soumis à des déformations en cisaillement. Ce mode de déformation est étudié en détail dans cette première partie. Différents essais de cisaillement ont été réalisés suivant le protocole détaillé au chapitre 2 avec une vitesse de déformation quasi-statique. Un essai a été conduit jusqu'à la rupture de l'éprouvette, les autres ont été interrompus à 0.06, 0.11, 0.175 et 0.235 de déformation équivalente. Nous avons étudié en particulier la réponse mécanique du matériau en relation avec les évolutions microstructurales. Enfin les résultats en cisaillement seront comparés à ceux obtenus en traction.

1.1. Comportement mécanique

La Figure 4.1 présente le comportement mécanique du matériau sollicité en cisaillement monotone suivant DL. On représente la composante σ_{12} du tenseur de contrainte en fonction de la composante ε_{12} du tenseur de déformation (Figure 4.1a). Pour comparer le comportement en cisaillement et en traction, on représente également les données de cisaillement en contraintes et déformations équivalentes (suivant le critère anisotrope de Hill48 - voir chapitre 2) et on rappelle le comportement en traction DL (Figure 4.1b). Les essais interrompus à différents taux de déformation sont indiqués par des croix bleues sur la Figure 4.1. La correspondance entre les niveaux de déformation ε_{12} et ε_{eq} des essais interrompus est donnée dans la table 4.1.

La rupture en cisaillement intervient pour une déformation équivalente de 0.34, ce qui est très inférieur à la déformation à rupture en traction (ε_{eq}=0.53). Toutefois cette rupture est due à une déchirure prématurée de l'éprouvette, produite par la localisation de la déformation dans un coin de celle-ci. Cette localisation est liée à un effet de bord libre. La déformation, bien que restant homogène dans la zone centrale de l'échantillon, se concentre à la jonction libre des zones utile et de serrage. Par conséquent, la ductilité observée lors de ces essais n'est pas représentative de celle du matériau sollicité en cisaillement.

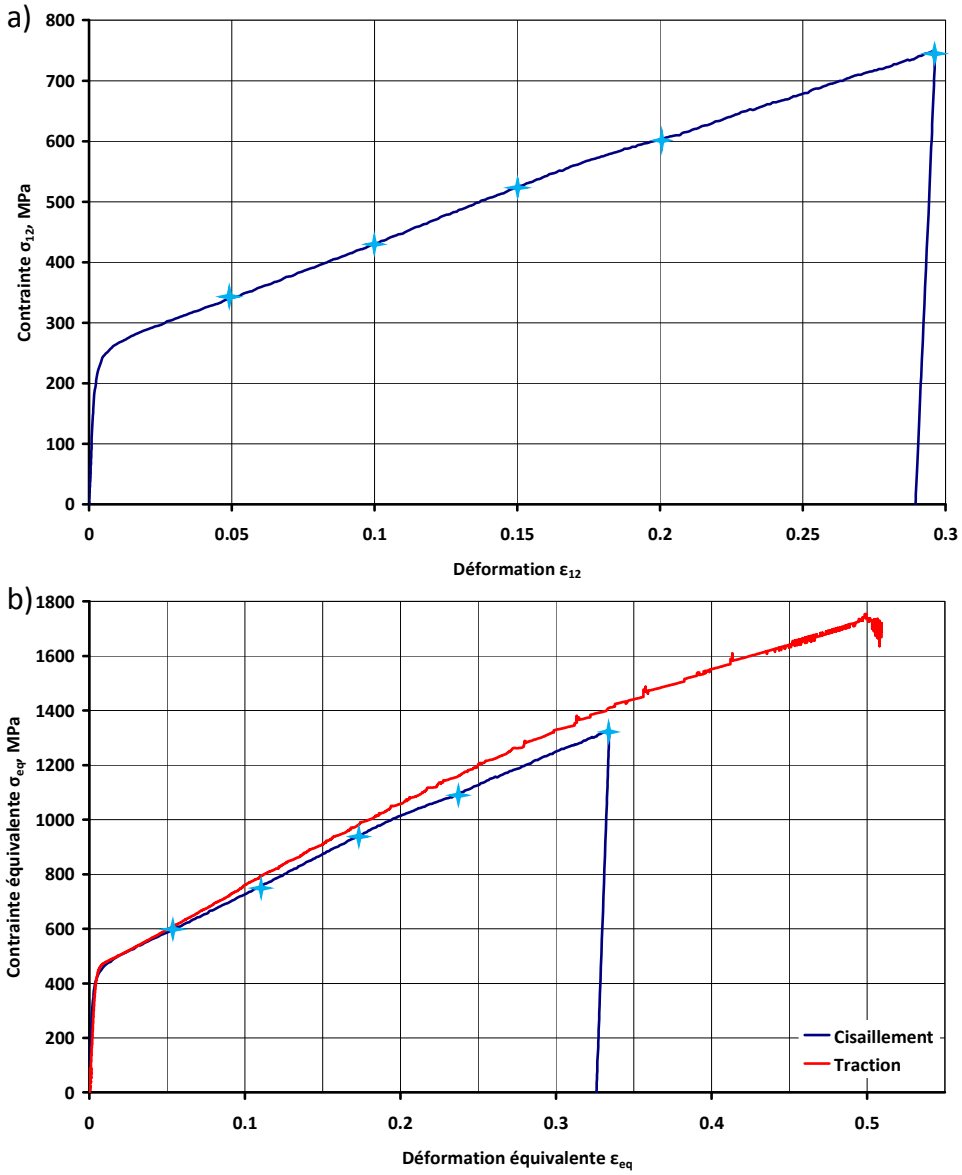


Figure 4.1 Comportement en cisaillement monotone DL. (a) Courbe de cisaillement suivant les composantes 12 des tenseurs de contraintes et déformations. (b) Courbe de cisaillement représentée en contrainte / déformations équivalente, superposée à la courbe de traction DL.

Essais interrompus	N°1	N°2	N°3	N°4	**N°5**
ε_{12}	0.05	0.1	0.15	0.2	0.30
ε_{eq}	0.06	0.11	0.175	0.235	0.34

Table 4.1 Correspondance entre les niveaux de déformation pour les essais interrompus en cisaillement DL.

Les comportements mécaniques en cisaillement et en traction sont proches. On note cependant un léger adoucissement en cisaillement au-delà de ε_{eq}=0.05 (l'écart en contrainte atteint environ 80MPa à rupture ε_{eq}=0.34). Néanmoins, cette légère différence dépend des deux modes de déformation mais peut être biaisée par le modèle de calcul des contraintes et déformations équivalentes.

L'évolution du coefficient d'écrouissage normalisé est donnée Figure 4.2 pour le cisaillement et pour la traction (à titre de rappel). Comme en traction, le coefficient d'écrouissage en cisaillement est maintenu à un niveau très élevé (>0.04G_0) et évolue suivant différents stades, correspondant à une succession d'augmentation et de diminution du coefficient. Le type de trajet de déformation monotone, *i.e.* le cisaillement ou la traction, affecte cependant l'amplitude des variations du coefficient d'écrouissage normalisé, ainsi que les valeurs de déformation pour lesquelles les transitions entre stades apparaissent. La table 4.2 récapitule l'ensemble de ces valeurs en comparaison à celles observées en traction.

L'étude détaillée du comportement en traction nous a permis de mieux comprendre le rôle des évolutions microstructurales sur l'évolution du coefficient d'écrouissage normalisé. Nous avons notamment mis en lumière la dépendance entre le stade d'écrouissage B et l'apparition du maclage effectif dans la microstructure, ainsi que le rôle de la texture sur la variation de l'activité de maclage. L'analyse des évolutions de texture et de microstructure lors du cisaillement monotone doit nous permettre de la même manière d'expliquer les variations du coefficient d'écrouissage normalisé.

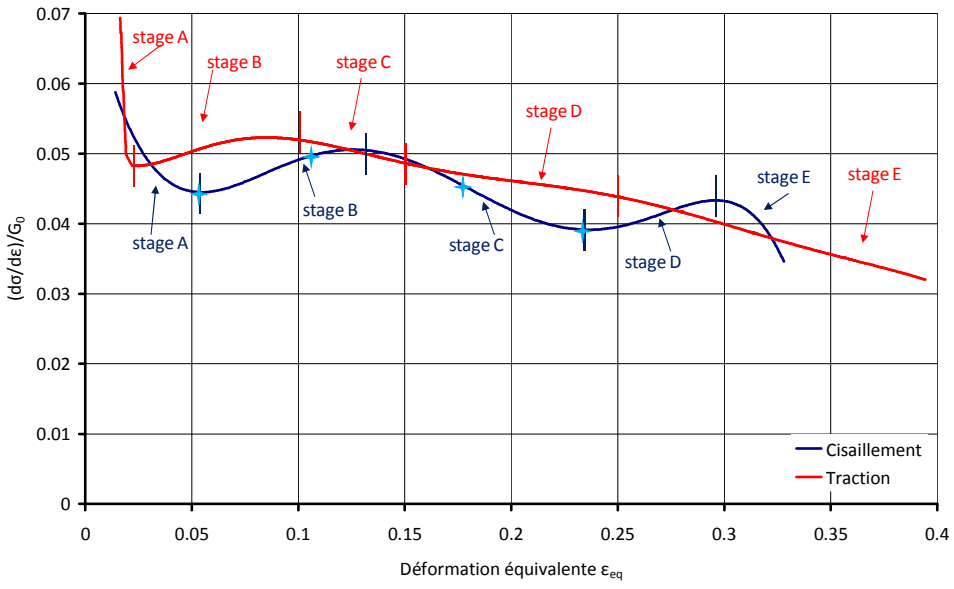


Figure 4.2 Evolution du coefficient d'écrouissage normalisé lors des essais de cisaillement DL (en bleu) et de traction DL (en rouge).

		Cisaillement	Traction
Stade A	$\varepsilon_{début}$	0	0
	ε_{fin}	0.055	0.025
	$(d\sigma/d\varepsilon)/G_o$ fin	0.04	0.048
Stade B	$\varepsilon_{début}$	0.055	0.025
	ε_{fin}	0.13	0.1
	$(d\sigma/d\varepsilon)/G_o$ début	0.04	0.048
	$(d\sigma/d\varepsilon)/G_o$ fin	0.05	0.052
Stade C	$\varepsilon_{début}$	0.13	0.1
	ε_{fin}	0.24	0.15
	$(d\sigma/d\varepsilon)/G_o$ début	0.05	0.052
	$(d\sigma/d\varepsilon)/G_o$ fin	0.039	0.048
Stade D	$\varepsilon_{début}$	0.24	0.15
	ε_{fin}	0.29	0.2
	$(d\sigma/d\varepsilon)/G_o$ début	0.039	0.048
	$(d\sigma/d\varepsilon)/G_o$ fin	0.043	0.043
Stade E	$\varepsilon_{début}$	0.29	0.2
	$(d\sigma/d\varepsilon)/G_o$ début	0.043	0.043

Table 4.2 Comparatif des caractéristiques des différents stades d'écrouissage entre les essais de cisaillement DL et de traction DL.

1.2. Evolution de la texture de cisaillement

La Figure 4.3 présente l'évolution de la texture au cours de la déformation en cisaillement. Les textures ont été déterminées par diffraction de rayons X suivant la méthodologie décrites en annexe A. On représente les figures de pôles {100}{110}{111} et les sections à φ_2=0° et φ_2=45° de la FDO. Les sections de la FDO sont tracées pour l'angle φ_1 variant de 0 à 360°, c'est-à-dire sans prendre en compte la symétrie orthorhombique initiale d'échantillon. Le cisaillement impose cependant une symétrie macroscopique au niveau de la distribution des orientations (de 180° suivant φ_1). Cette symétrie est visible sur notre mode de représentation des données. L'évolution de l'indice de texture est donnée Figure 4.4 (on rappelle également celui de la traction). La notation {hkl}<uvw> utilisée pour décrire les orientations principales est telle que le plan {hkl} est parallèle au plan de cisaillement macroscopique (DL,DN) et que la direction <uvw> est parallèle à la direction de cisaillement macroscopique (DL).

On rappelle également que les fibres qui se développent classiquement en cisaillement ont été décrites au chapitre 2 section §2.1.3 [TÓT89][MON84]. On distingue en particulier deux fibres partielles, nommées A et B, représentées sur la figure des pôles {111}, Figure 4.5. La fibre partielle A regroupe les orientations ayant le plan {111} dans le plan de

cisaillement, *i.e.* toutes les orientations de type {111}<uvw>. On spécifie entre autres les composantes A_1* et A_2* détaillées dans la table 4.3 (voir aussi les sections φ_2=0° et φ_2=45° de la FDO, figure 4.3). La fibre partielle B regroupe les orientations ayant la direction cristallographique <110> parallèle à la direction de cisaillement, *i.e.* toutes les orientations de type {hkl}<110>, en particulier les composantes B/$\overline{B}$ et C (sections φ_2=0° et φ_2=45° de la FDO, figure 4.3).

Le cisaillement suivant DL de l'acier TWIP Fe-22Mn-0.6C conduit à une distribution très complexe d'orientations, caractérisée par un grand nombre de composantes de texture (Figure 4.3). L'intensité de texture en fin de déformation reste faible avec un indice de texture de 2.17.

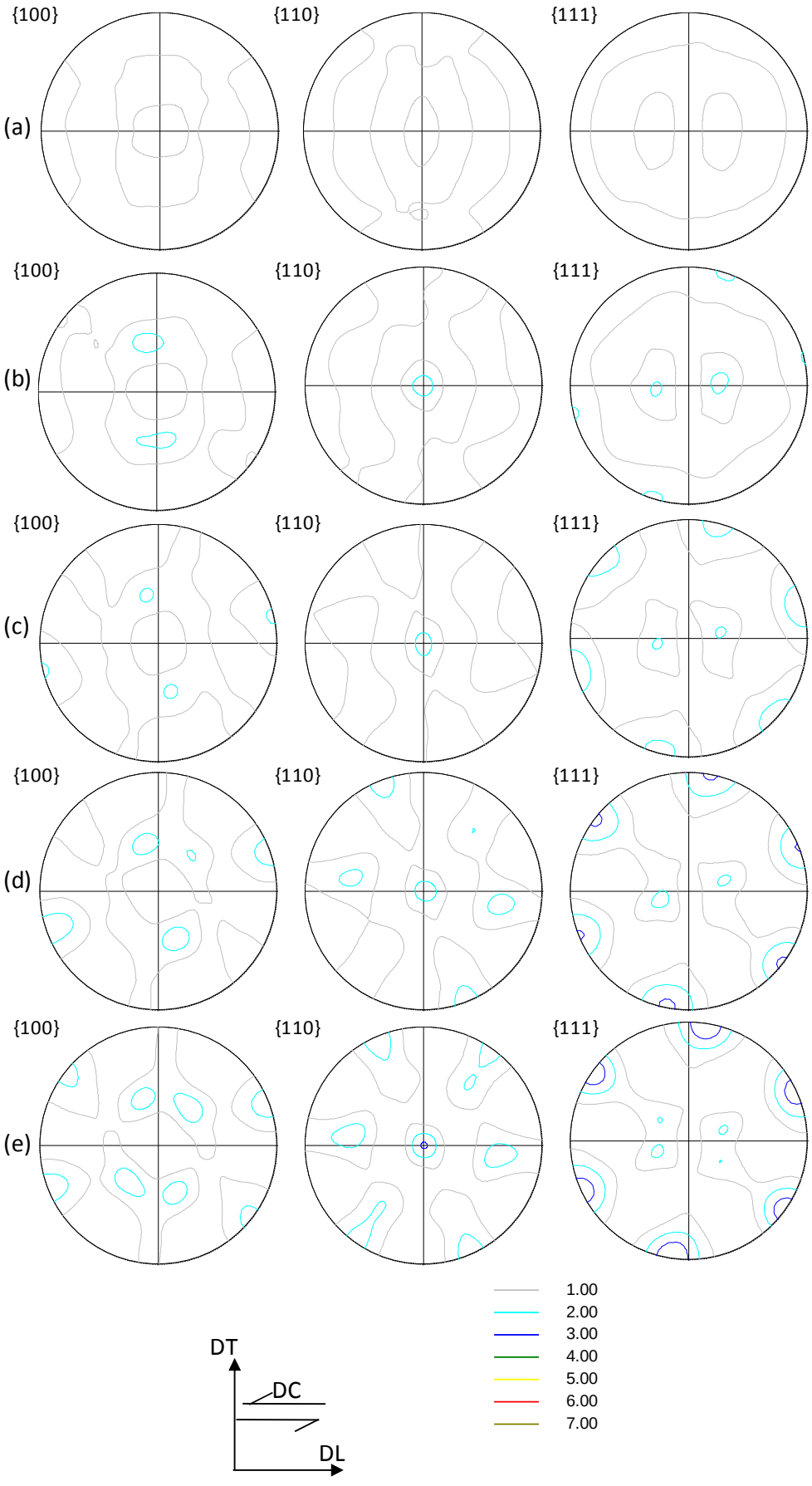
Les densités de pôles <110> et <111> les plus marquées sont distribuées en périphérie des figures de pôles, à 60° les unes des autres (Figure 4.3). Les figures de pôles {111} montrent que le plan cristallographique {111} tend progressivement à s'aligner avec le plan de cisaillement macroscopique (DL,DN). On note en effet que l'angle ω entre la normale à un plan (111) et la normale (DT) au plan de cisaillement tend à diminuer avec la déformation (voir Figure 4.3 et 4.5). De plus, les figures de pôles {110} nous montrent que la direction cristallographique <110> tend progressivement à s'aligner avec la direction de cisaillement macroscopique (DL). Cela traduit le développement progressif de composantes appartenant aux fibres partielles A et B. En effet, l'intensification des deux fibres au cours de la déformation conduit au renforcement des plans {111} parallèles au plan de cisaillement (fibre A) et au renforcement de la direction <110> dans la direction de cisaillement (fibre B).

On observe que des composantes d'orientations particulières sont favorisées au cours de la déformation et sont visibles sur les sections de la FDO (Figure 4.3). Les densités de ces orientations particulières se renforcent au cours de la déformation et tournent progressivement vers les composantes A_1* et A_2* (fibre A) et de façon plus minoritaire vers la composante C (fibre B). Les densités d'orientations proches de A_2* sont stabilisées très rapidement sur la position de l'orientation A_2* pour ε_{eq}=0.06) puis se renforcent jusqu'en fin de déformation. Les orientations proches de A_1* tournent progressivement pour atteindre la position de l'orientation stricte A_1*. Cependant la déformation finale n'est pas suffisante pour qu'elles y parviennent. L'orientation C est pratiquement atteinte en fin de déformation, mais son intensité reste faible. A 0.34 de déformation équivalente, ces densités d'orientations respectivement proches de A_1*, A_2* et C atteignent les intensités de 7, 6.2 et 2.9. Les densités des orientations A, $\bar{A}$, B et $\overline{B}$, visibles sur les sections de la FDO φ_2=45° (Figure 4.3) restent faibles pour la plage des déformations étudiées.

L'évolution de texture observée au cours du cisaillement résulte des mécanismes de déformation mis en jeu lors du cisaillement qui déterminent les rotations cristallines associées. Dans le cas des aciers TWIP, nous avons montré (chapitre 3) que l'activation conjointe du maclage et du glissement modifie les intensités des composantes de texture qui seraient obtenues par glissement plastique seul. Par ailleurs, les volumes maclés ont de nouvelles orientations. Par conséquent, certaines densités d'orientations qui augmentent aux cours de la déformation peuvent renfermer des densités d'orientations relatives aux volumes maclés. Par ailleurs, nous avons également montré dans le chapitre 3 que l'évolution de texture conduit ou non au développement d'orientations particulières dont les facteurs d'orientation peuvent être favorables au maclage.

Par conséquent, pour interpréter les textures de cisaillement et leur influence sur l'activation du maclage, nous avons comme dans le cas de la traction, caractérisé les microstructures de déformation par EBSD. Par ailleurs, afin d'analyser le rôle de la texture sur l'activation des mécanismes de déformation lors du cisaillement, les facteurs d'orientation des composantes strictes A_1*, A_2* et C (table 4.3) et de l'ensemble des orientations décrivant l'espace d'Euler (Figure 4.6) ont été calculés. Comme nous l'avons déjà signalé, le calcul ne prend pas en compte les contraintes locales réelles et les différences de cissions critiques des deux mécanismes de déformation. Le facteur d'orientation nous permet cependant de juger en fonction de l'orientation du grain lequel des deux mécanismes est statistiquement plus facile à activer.

Ce calcul montre dans un premier temps que les orientations proches de la composante A_1* ont un facteur d'orientation très favorable au maclage alors que celles proches des composantes A_2* (et dans une moindre mesure C) ont un facteur d'orientation plus favorable pour le glissement des dislocations. Il semble donc qu'avec le développement, au cours du cisaillement, d'orientations proches de la composante A_1*, le maclage soit favorisé. L'analyse par EBSD des microstructures de déformation nous a permis de mettre en évidence cette interdépendance.


{100}
{110}
{111}
(a)
(b)
(c)
(d)
(e)
1.00
2.00
3.00
4.00
5.00
6.00
7.00
DT
DC
DL

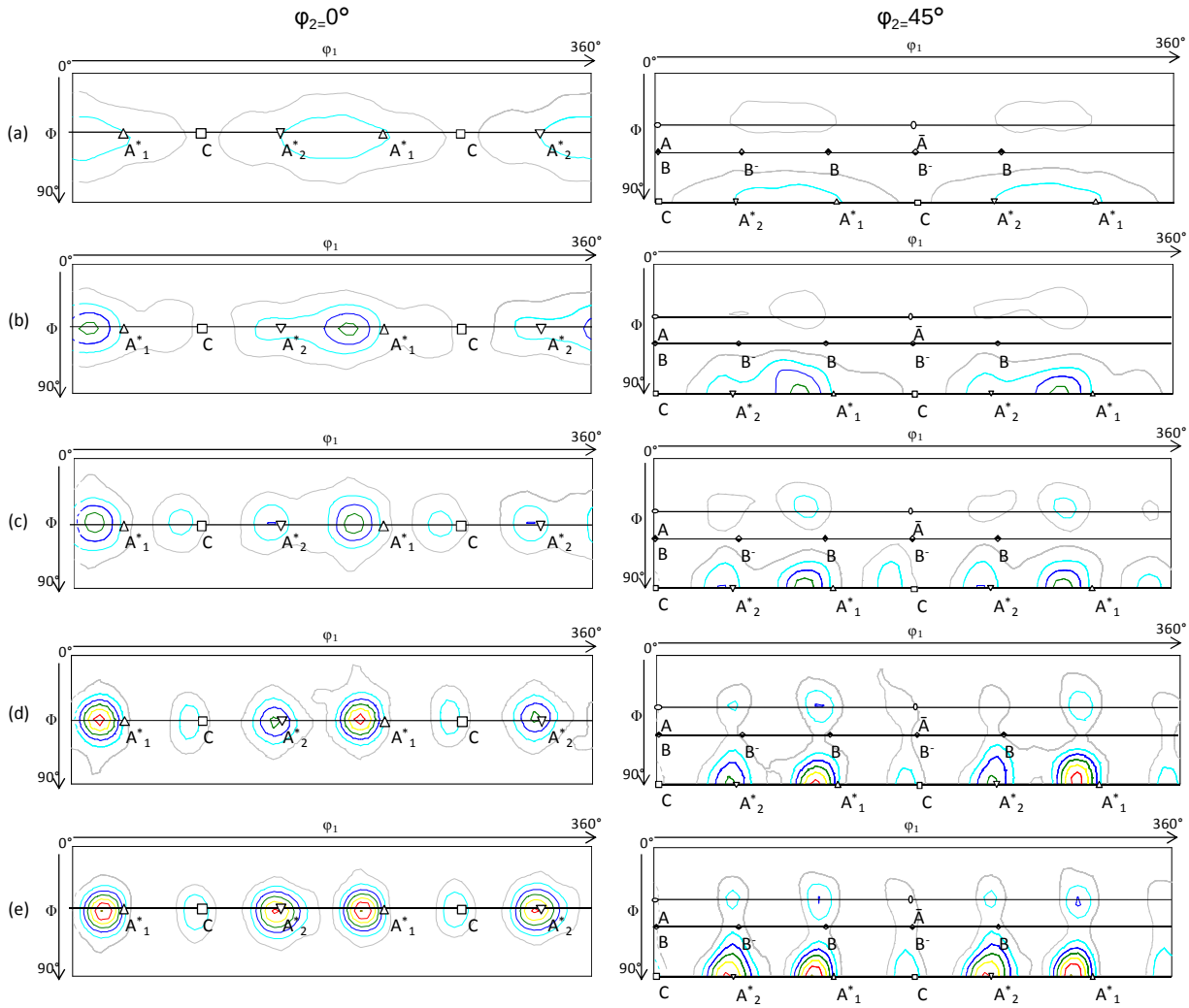


Figure 4.3 Figures de pôles recalculées {100}{110}{111} et sections à φ_2=0° et φ_2=45° de la FDO pour une déformation équivalente en cisaillement de : (a) 0.0. (b) 0.06. (c) 0.11. (d) 0.235. (e) 0.34.

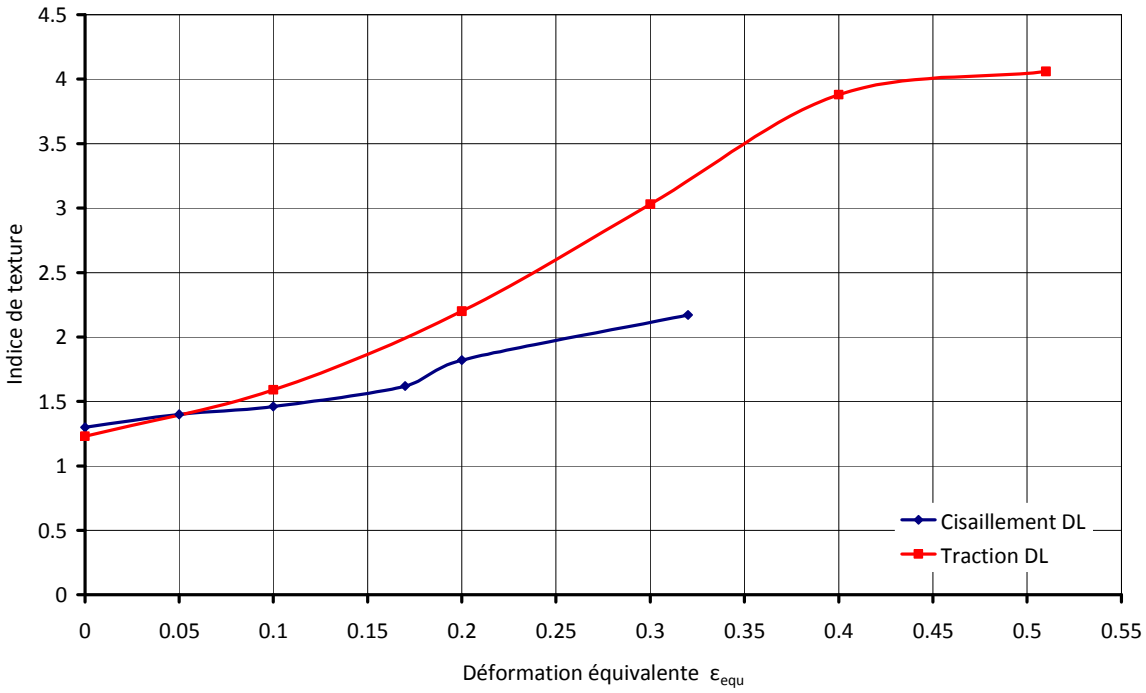


Figure 4.4 Evolution de l'indice de texture avec la déformation lors de l'essai de cisaillement (en bleu) et de traction (en rouge).

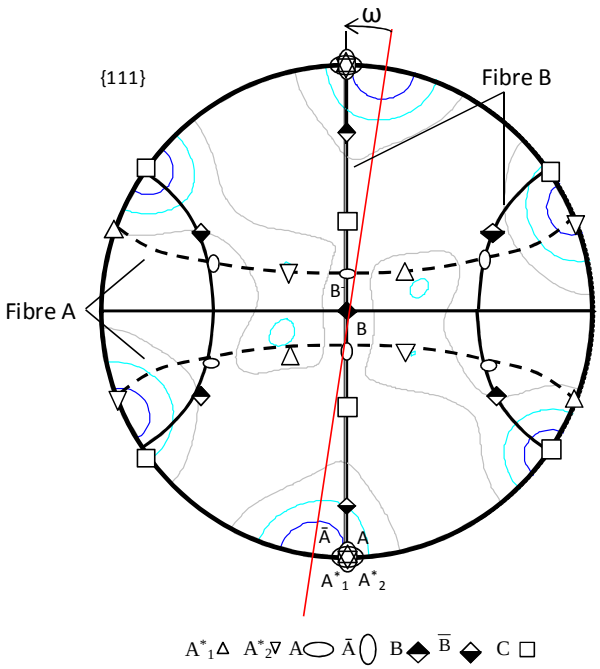


Figure 4.5 Superposition des orientations stables de déformation (cisaillement négatif) projetée sur une figure de pôles {111} et de la texture expérimentale à 0.34 de déformation équivalente.

Symbole	Nom	{hkl}<uvw>	Angles d'Euler	Facteur de Schmid	
				Glissement	Maclage
△	A1*	$\{111\}[\bar{1}\bar{1}2]$	35.26°/45°/0° 215.26°/45°/0° 125.26°/90°/45° 305.26°/90°/45°	0.43	0.49
▽	A2*	$\{111\}[11\bar{2}]$	144.74°/45°/0° 324.74°/45°/0° 54.74°/90°/45° 234.74°/90°/45°	0.43	0.24
□	C	{001}<110>	90°/45°/0° 270°/45°/0° 0°/90°/45° 180°/90°/45°	0.28	0.24

Table 4.3 Orientations cristallographiques principales développées au cours du cisaillement monotone négatif et valeurs respectives du facteur d'orientation pour le glissement et le maclage.

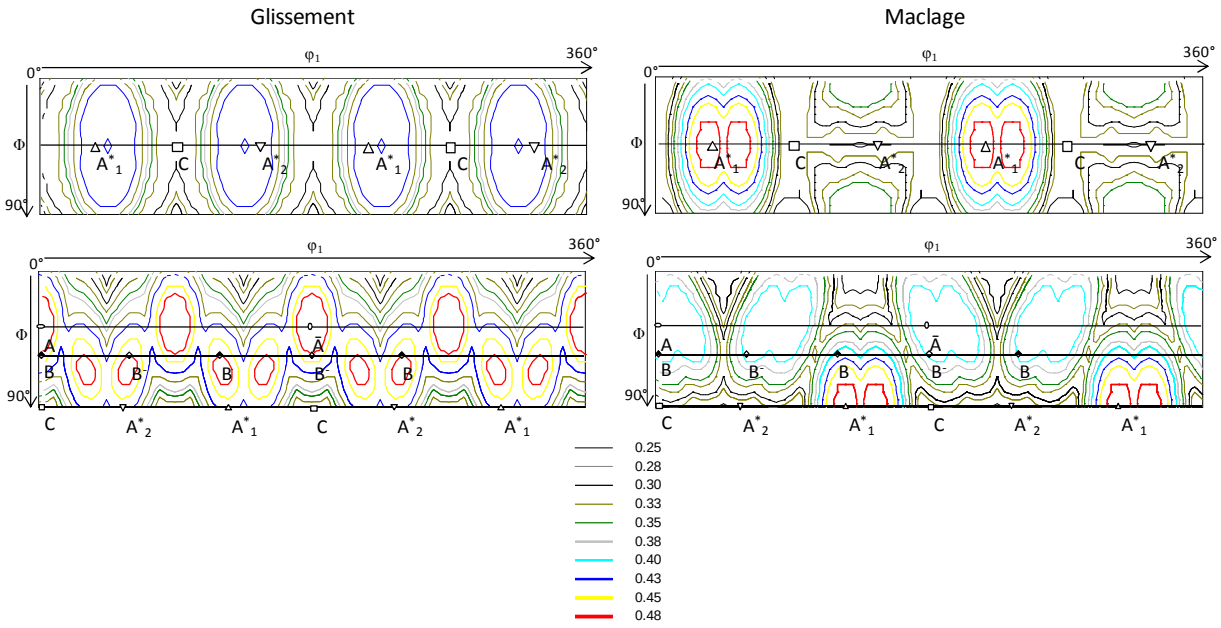


Figure 4.6 : Sections à φ_2=0° et φ_2=45° représentant les lignes d'iso-densités des facteurs d'orientation maximum pour le glissement et pour maclage dans le cas d'un cisaillement négatif.

1.3. Evolution de la microstructure

Les éprouvettes de cisaillement sollicitées à 0.06, 0.11, 0.175, 0.235 et 0.34 de déformation équivalente ont été analysées par MEB EBSD. Les cartographies d'orientations en EBSD ont été acquises avec un pas déplacement de 70nm, cette valeur permettant un bon compromis entre résolution et statistique de mesure. Pour chaque état de déformation, les résultats de l'analyse EBSD sont représentées par:

- Une cartographie en contraste de bandes permettant de visualiser la microstructure et en particulier de localiser les macles.
- Une cartographie d'orientations permettant de localiser les orientations principales de déformation A_1*, A_2* et C, représentées respectivement en rouge, bleu et vert avec une dispersion de 10° autour de l'orientation stricte.
- Des gros plans sur certains grains représentatifs de la microstructure.

1.3.1. Microtextures durant les stades d'écrouissage A-B

A 0.06 de déformation équivalente, environ 30% des grains de la cartographie présentée Figure 4.7 commencent à activer un système de maclage. Comme pour l'essai de traction, l'activation de ces premières macles produit une augmentation de l'écrouissage normalisé, correspondant au début du stade B (Figure 4.2). Les macles sont activées dans les grains dont la taille moyenne est supérieure à 4µm. Par conséquent, la présence de grains de tailles importantes favorise à nouveau l'activation du maclage très tôt dans la déformation de cet acier TWIP à petits grains (on rappelle que la taille moyenne des grains de 2.6µm). A ce stade, la texture est encore très peu marquée (Figure 4.3b) et il est difficile d'établir une corrélation stricte entre l'orientation des grains et l'activité de maclage. Nous pouvons néanmoins distinguer sur la Figure 4.7b que certains grains ayant des orientations proches de la composante A1* présentent des macles, ce qui n'est pas le cas des grains ayant des orientations proches des composantes C et A_2*.

A 0.11 de déformation équivalente, la microstructure a peu évolué par rapport à l'étape précédente. L'analyse EBSD, présentée Figure 4.8, montre que les grains présentent toujours un seul système de maclage actif. Les faisceaux de macles activés semblent néanmoins plus denses, comme nous pouvons l'observer sur les deux grains de détail de la Figure 4.8a. Les grains d'orientations appartenant à la composante A_1* activent toujours préférentiellement du maclage alors que ceux appartenant aux composantes C et A_2* ne présentent pas de traces de macles visibles (Figure 4.8b).

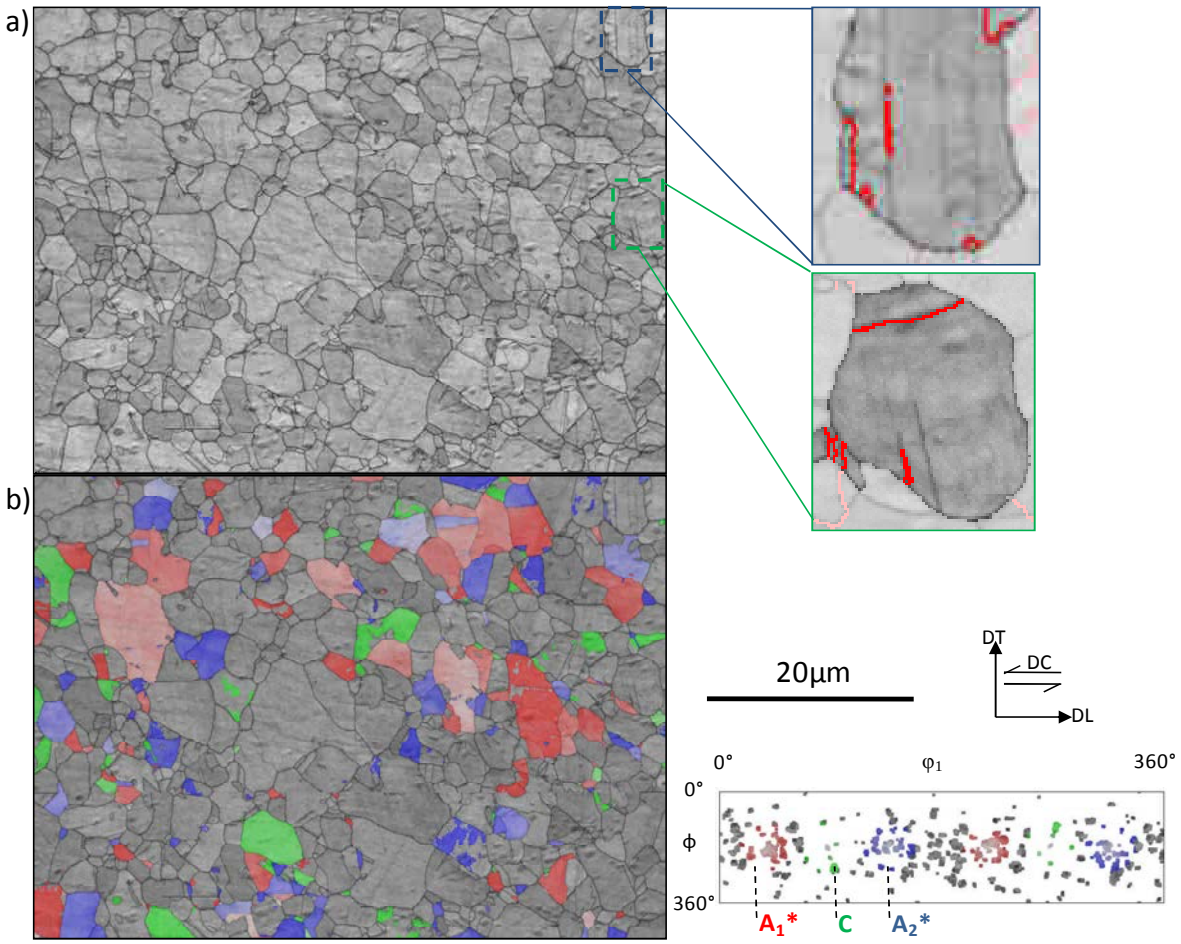


Figure 4.7 Cartographies EBSD d'un échantillon déformé en cisaillement à 0.06 de déformation équivalente. a) cartographie en contraste de bandes. b) cartographie d'orientations (Indexation=96%).

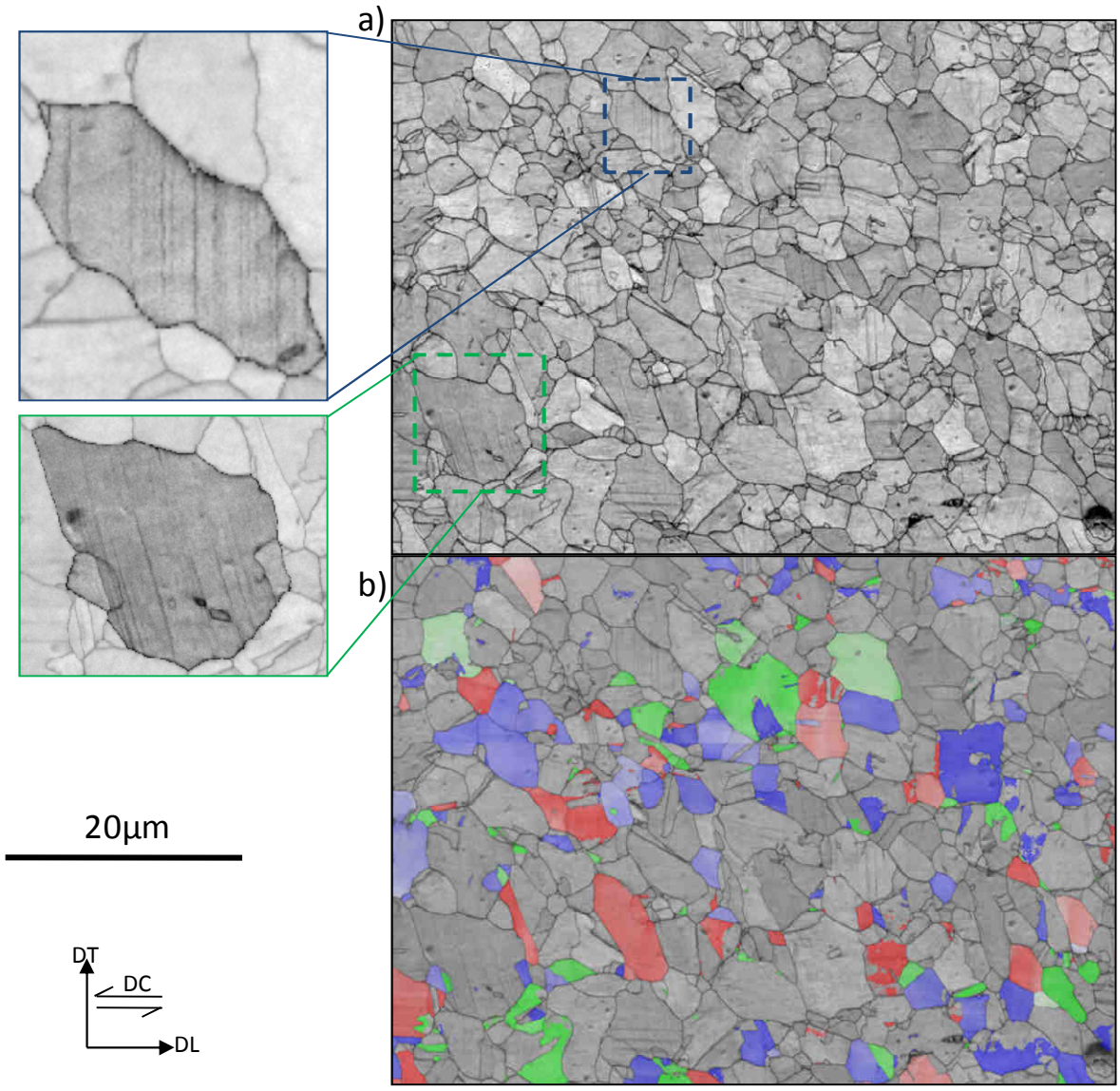


Figure 4.8 Cartographies EBSD d'un échantillon déformé en cisaillement à 0.11 de déformation équivalente. a) cartographie en contraste de bandes. b) cartographie d'orientations (Indexation=95%).

1.3.2. Microtextures durant les stades d'écrouissage C à E (rupture prématurée)

De 0.13 à 0.24 de déformation vraie, l'écrouissage diminue (stade C, Figure 4.2). L'analyse EBSD de l'éprouvette déformée de ε_{eq}=0.175 montre que la microstructure ne présente pas d'évolution majeure. Par contre, après une déformation équivalente de 0.235, l'activité de maclage s'est très nettement renforcée (Figure 4.9). On observe une augmentation du nombre de grains présentant du maclage, ainsi qu'une densification des faisceaux de macles. Dans l'ensemble des grains analysés, un seul système de maclage est actif. Dans certains cas, la densité de macles par faisceau est suffisante pour mesurer l'orientation des volumes correspondants (Figure 4.9b) : les grains dont les orientations sont proches des composantes A_1* et C générèrent des orientations de macles appartenant à la composante A_2*. Par ailleurs, des sous-structures commencent à se former au sein de certains grains. Le grain central de la zone repérée Figure 4.9a présente de nombreux sous-joints commençant à délimiter ces sous-structures (les sous-joints de désorientations supérieures à 3° sont représentés en blanc, les sous-joints de désorientations supérieures à 10° en bleu). Des faisceaux de macles viennent s'appuyer sur ces sous-joints. L'écart maximal à l'orientation moyenne du grain atteint 20°. Des zones de déformation intense commencent à apparaître au voisinage de certains joints de grains. Ces zones qui correspondent aux zones sombres de la carte EBSD, ont des indices de qualité des clichés de Kikuchi très faibles.

Par la suite, jusqu'à 0.34 de déformation équivalente (rupture prématurée de l'éprouvette), la microstructure de maclage continue à se renforcer au sein du polycristal comme nous pouvons le voir sur la Figure 4.10. Ce renforcement conduit à nouveau une augmentation de l'écrouissage dans le stade D (Figure 4.2). Après 0.34 de déformation équivalente, près de 80% de grains analysés présentent un seul système visible de maclage. Les grains uniquement déformés par glissement plastique présentent des désorientations très importantes. Sur le grain repéré de la Figure 4.10, on peut constater que l'écart à l'orientation moyenne atteint 20°. Dans les régions présentant les plus grandes variations d'orientation, des réseaux de sous-joints commencent à prendre forme. Les zones de très forte déformation se multiplient dans la microstructure. Nous pouvons également observer une déformation morphologique très importante des grains. Ces derniers se sont allongés suivant une direction macroscopique à 45° de la direction de sollicitation.

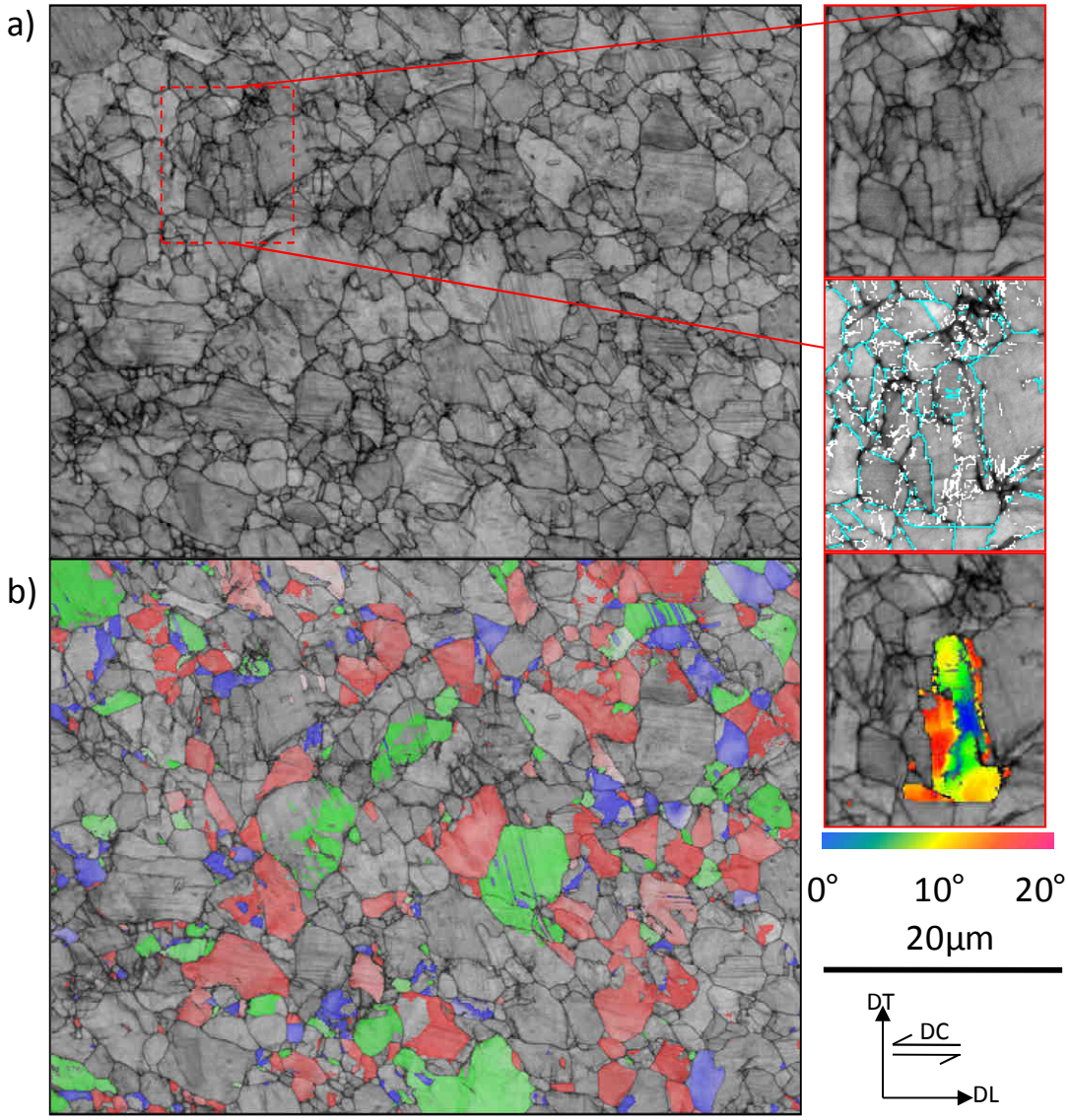


Figure 4.9 Cartographies EBSD d'un échantillon déformé en cisaillement à 0.235 de déformation équivalente. Les sous-joints de désorientations supérieures à 3° sont représentés en blanc, les sous-joints de désorientations supérieures à 10° en bleu. a) cartographie en contraste de bandes. b) cartographie d'orientations (Indexation=86%).

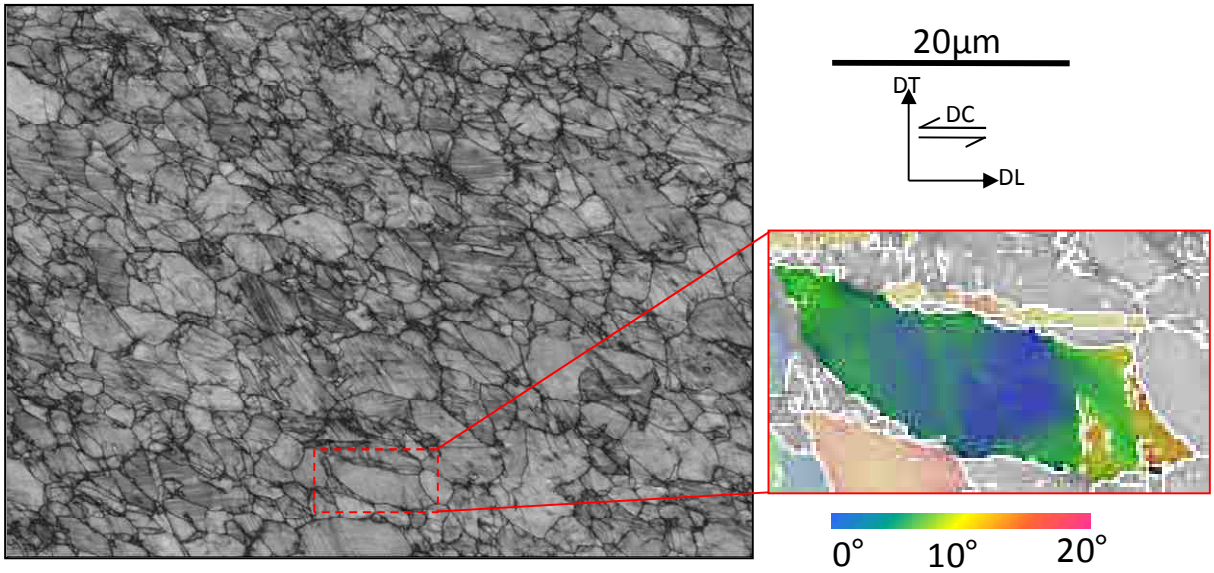


Figure 4.10 Cartographies EBSD d'un échantillon déformé en cisaillement à 0.34 de déformation équivalente (Indexation=70%).

1.4. Discussion

1.4.1. Analyse de l'évolution de texture en cisaillement monotone

A 0.34 de déformation équivalente en cisaillement, la texture est peu marquée (Figures 4.3 et 4.4) et présente principalement des densités d'orientations intenses dans le voisinage des composantes A_1*, A_2* et C. Les intensités des composantes A_1* et A_2* sont comparables tout au long de la déformation, celle de la composante C reste faible. De faibles densités d'orientations sont également observées à proximité des composantes A/$\bar{A}$ et B/$\bar{B}$. Comme nous pouvons le constater sur la Figure 4.3 les densités d'orientations à proximité des composantes A_1*, A_2* et C s'étendent progressivement vers B/$\bar{B}$. Cette évolution est schématisée Figure 4.11 présentant la section à φ_2=45° de la FDO de l'échantillon en fin de déformation (0.34 de déformation équivalente, γ=0.6).

L'analyse des cartographies EBSD Figures 4.9 et 4.10 nous a également montré que les grains d'orientations proches de la composante A_1* génèrent macles dont les orientations appartiennent à la composante A_2*. Le maclage contribue ainsi au renforcement de l'intensité de la composante A_2* et à l'affaiblissement de A_1* au cours de la déformation.

La texture qui se forme au cours de la déformation en cisaillement de l'acier Fe-22Mn-0.6C peut être comparée aux textures de cisaillement déjà reportées dans la littérature. De nombreux travaux concernant des déformations en cisaillement par ECAE (Extrusion Coudée à Aires Egales) ont été publiés. Pour les matériaux à forte énergie de faute d'empilement (EFE), tels que le cuivre où la déformation est uniquement accommodée par glissement plastique, les composantes les plus intenses sont les composantes C, A_1* et B/$\bar{B}$ alors que la composante A_2* est la plus faible [TÓT04]. Dans le cas de l'argent, dont l'EFE est faible (≈ 19mJ/m²) et qui se déforme par glissement des dislocations et maclage, la

composante la plus intense est la composante B/$\overline{B}$, suivie par A_2* et C puis par A_1* dont l'intensité reste faible [BEY07]. Stout et al. [STO87] ont également démontré que l'intensité de la composante C est plus faible dans le cas de l'argent et du laiton (faible EFE) que dans le cas de l'aluminium et du cuivre (forte EFE). La différence d'intensité entre les composantes A_1* et A_2* suivant l'EFE est attribuée au maclage mécanique. Beyerlein et al. [BEY07] ont déterminé que la fraction volumique de macles pour l'argent atteint 36% au bout de trois passes de déformation en ECAE, correspondant à un taux de cisaillement γ=6, conduisant une composante A_1* faible et une composante A_2* forte. Dans le cas présent, ces deux composantes ont des intensités relativement proches tout au long de la déformation (Figure 4.3). La fraction de macles générées dans l'acier Fe-22Mn-0.6C n'est pas suffisante pour diminuer de manière notoire l'intensité de la composante A_1* et pour renforcer celle de A_2*.

Par rapport aux niveaux de déformation atteints par ECAE (γ=6 dans [BEY07] par exemple) la déformation finale obtenue ici en cisaillement monotone est faible (γ=0.6). De ce fait, la texture observée à γ=0.6 n'est pas totalement stabilisée. En effet, la composante B/$\overline{B}$ est prédominante pour les matériaux à faible EFE déformés en cisaillement. Comme nous l'avons illustré sur la Figure 4.11, les densités au voisinage des composantes A_1*, A_2* et C s'étalent progressivement vers B/$\overline{B}$. La texture observée à 0.34 de déformation équivalente n'est donc que transitoire.

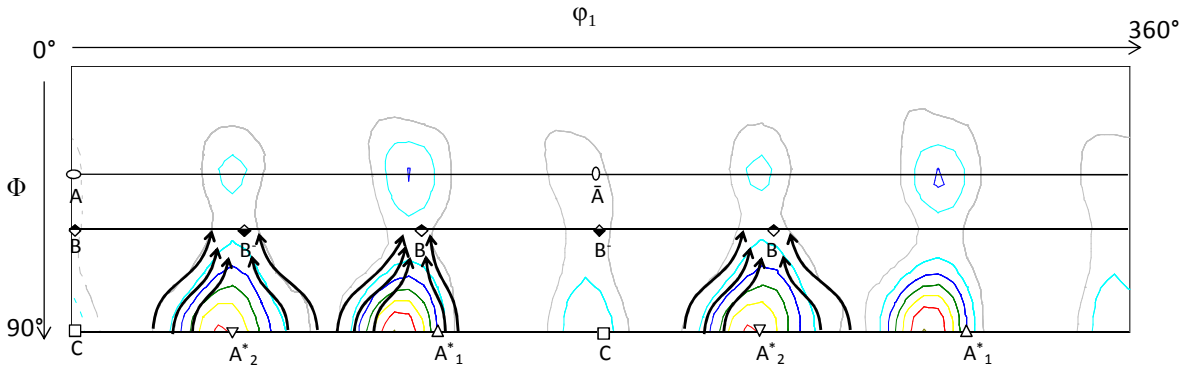


Figure 4.11 Section φ_2=45° de la FDO de l'échantillon à 0.34 de déformation équivalente en cisaillement. Les composantes en place au voisinage de A_1*, A_2* et C s'étalent progressivement vers B/$\overline{B}$.

1.4.2. Analyse de l'activité de maclage en rapport avec l'évolution de texture

En cisaillement monotone, 3 composantes principales de déformation se développent (A_1*, A_2*, C). Parmi ces 3 composantes, seule la composante au voisinage de A_1* est très fortement favorable au maclage (Table 4.3, Figure 4.6). En effet, les analyses EBSD nous ont montré que les grains d'orientations proches de cette composante présentent une importante densité de macles.

Par ailleurs, en cisaillement monotone, seul un système de maclage est actif. Les facteurs d'orientation pour les 24 systèmes {111}<1-10> de glissement et {111}<11-2> de maclage ont été calculés pour le cisaillement négatif DL (Table 4.4). Le facteur d'orientation du système n°12 de l'orientation A_1* est très élevé (0.49) par rapport aux autres systèmes. Cela explique l'activation majoritaire d'un seul système au sein des grains. Ce résultat peut être comparé au cas de la traction pour laquelle deux systèmes de maclage sont rapidement

actifs dans les grains. En fait, dans le cas de la traction, les orientations donnant du maclage (laiton tourné, laiton et cuivre) ont des facteurs d'orientation moins élevés (respectivement 0.31, 0.39, 0.31, table 4.5) Par ailleurs pour chacune de des orientations trois systèmes possèdent systématiquement une valeur du facteur d'orientation identique. Par conséquent, les systèmes de maclage potentiellement actifs sont plus nombreux dans le cas de la traction, conduisant à une microstructure contenant majoritairement deux systèmes de maclage contre un en cisaillement.

Les analyses EBSD ne nous permettent pas de quantifier les différences entre les microstructures de maclage résultant de la traction et du cisaillement, notamment en termes de fraction de macles. De plus, la méthode d'estimation de la fraction totale de macles présentée au chapitre 3 n'est pas applicable à la déformation en cisaillement, la texture n'étant pas suffisamment prononcée. Néanmoins, l'observation des cartographies en contraste de bandes des échantillons sollicités en traction et en cisaillement permet de comparer qualitativement l'activité de maclage pour les deux modes de déformation. En fin de déformation, la fraction de macles semble plus importante dans le cas du cisaillement (Figure 3.12, à 0.3 de déformation équivalente pour la traction et Figure 4.10, à 0.34 de déformation équivalente pour le cisaillement). Pour les déformations plus faibles, l'activité de maclage semble plus importante dans le cas de la traction.

N° Système	Plan	Direction	A_1*	A_2*	C
1	111	1-10		0.24	
2	-111	110	0.24		
3	-1-11	-110		0.33	0.14
4	1-11	-1-10	0.33		0.14
5	1-11	10-1		0.43	
6	-1-11	101	0.43		
7	-1-1-1	-101		0.14	0.14
8	1-1-1	-10-1	0.14		0.14
9	111	01-1			0.28
10	1-11	011		0	0
11	1-1-1	0-11	0	0	
12	11-1	0-1-1		0	
13	-111	-10-1		0.24	
14	111	-101	0.24		
15	11-1	101		0.33	0.14
16	-11-1	10-1	0.33		0.14
17	-1-11	0-1-1	0		0
18	-111	0-11			0.28
19	-11-1	011	0		
20	-1-1-1	01-1	0	0	
21	1-1-1	110		0.14	0.14
22	11-1	-110	0.43		
23	-11-1	-1-10		0.43	
24	-1-1-1	1-10	0.14		0.14

N° Système	Plan	Direction	A_1*	A_2*	C
1	111	11-2		0	0.24
2	-111	-11-2		0.19	
3	-1-11	-1-1-2		0.19	0
4	1-11	1-1-2		0.24	
5	1-11	121		0.24	
6	-1-11	-121		0.19	0
7	-1-1-1	-12-1		0.19	
8	1-1-1	12-1		0	0.24
9	111	-211	0.22		
10	1-11	-2-11	0.38		0.16
11	1-1-1	-2-1-1	0.22		0
12	11-1	-21-1	0.49		
13	-111	-1-21		0	0.24
14	111	1-21		0.19	
15	11-1	1-2-1		0.19	0
16	-11-1	-1-2-1		0.24	
17	-1-11	2-11	0.49		
18	-111	211	0.22		0
19	-11-1	21-1	0.38		0.16
20	-1-1-1	2-1-1	0.22		
21	1-1-1	1-12		0.19	
22	11-1	112		0.19	0
23	-11-1	-112		0.24	
24	-1-1-1	-1-12		0	0.24

Table 4.4 Facteurs d'orientation associés aux 24 systèmes de glissement {111}<1-10> (gauche) et aux 24 systèmes de maclage {111}<11-2> (droite) dans le cas du cisaillement négatif.

Note 1 : 24 systèmes sont considérés, seules les valeurs positives du facteur d'orientation sont retenues
Note 2 : seuls les 12 premiers systèmes de maclage sont considérés, supposant ainsi que la macle est d'origine intrinsèque.

N° Système	Plan	Direction	Laiton Tournée	Laiton	Cube	Goss	Cuivre
1	111	1-10	0.27	0.27		0	0
2	-111	110		0	0.41	0	
3	-1-11	-110				0	
4	1-11	-1-10		0	0.41	0	0.27
5	1-11	10-1	0		0		
6	-1-11	101	0.27	0.41	0	0.41	
7	-1-1-1	-101	0		0		0.27
8	1-1-1	-10-1		0	0	0.41	
9	111	01-1			0.41		0.27
10	1-11	011		0.27		0.41	
11	1-1-1	0-11	0.27		0.41		
12	11-1	0-1-1		0.13		0.41	
13	-111	-10-1	0.27		0		0
14	111	-101		0.13	0	0.41	
15	11-1	101			0		0
16	-11-1	10-1		0.27	0	0.41	0.27
17	-1-11	0-1-1	0		0.41		0
18	-111	0-11		0		0.41	0.27
19	-11-1	011	0		0.41		0
20	-1-1-1	01-1	0.27	0.41		0.41	
21	1-1-1	110	0	0		0	0.27
22	11-1	-110	0.27	0.27	0.41	0	0
23	-11-1	-1-10	0			0	
24	-1-1-1	1-10			0.41	0	0

N° Système	Plan	Direction	Laiton Tournée	Laiton	Cube	Goss	Cuivre
1	111	11-2			0.23		0.31
2	-111	-11-2	0.31		0.23		
3	-1-11	-1-1-2			0.23		0
4	1-11	1-1-2	0		0.23		
5	1-11	121		0.15		0.23	
6	-1-11	-121				0.23	
7	-1-1-1	-12-1	0.31	0.39		0.23	
8	1-1-1	12-1		0		0.23	0.31
9	111	-211			0.23	0.23	
10	1-11	-2-11		0.15	0.23	0.23	0.31
11	1-1-1	-2-1-1		0	0.23	0.23	
12	11-1	-21-1	0.31	0.39	0.23	0.23	
13	-111	-1-21		0		0.23	0.31
14	111	1-21	0.31	0.39		0.23	
15	11-1	1-2-1				0.23	
16	-11-1	-1-2-1		0.15		0.23	
17	-1-11	2-11	0.31	0.39	0.23	0.23	
18	-111	211		0	0.23	0.23	
19	-11-1	21-1		0.15	0.23	0.23	0.31
20	-1-1-1	2-1-1			0.23	0.23	
21	1-1-1	1-12	0.31		0.23	0.23	
22	11-1	112			0.23		0
23	-11-1	-112	0		0.23		
24	-1-1-1	-1-12			0.23		0.31

Table 4.5 Facteurs d'orientation associés aux 24 systèmes de glissement {111}<1-10> (gauche) et aux 24 systèmes de maclage {111}<11-2> (droite) dans le cas de la traction DL.

Note 1 : 24 systèmes sont considérés, seules les valeurs positives du facteur d'orientation sont retenues
Note 2 : seuls les 12 premiers systèmes de maclage sont considérés, supposant ainsi que la macle est d'origine intrinsèque.

1.4.3. Relation entre l'évolution de la microstructure en cisaillement et l'évolution de l'écrouissage normalisé

L'évolution du coefficient d'écrouissage normalisé en cisaillement (Figure 4.2) présente les stades caractéristiques déjà identifiés en traction. La chute de l'écrouissage en début de déformation (stade A) est interrompue par l'apparition du stade B, interprété comme étant due à l'activation du maclage efficace à 0.055 de déformation équivalente. La chute subséquente du coefficient d'écrouissage (stade C) est attribuée au faible accroissement de l'activité de maclage durant ces étapes de déformation. A partir de 0.235 de déformation équivalente en cisaillement, l'activité de maclage s'accélère. Cet effet conduit à une nouvelle augmentation de l'écrouissage (stade D). Un très grand nombre de grains présentent maintenant un système de maclage actif. Cette accélération de la cinétique de maclage est due à la texture. Avec l'augmentation de la déformation, une forte densité d'orientation se déplace progressivement vers la composante A_1*, très favorable au maclage. L'évolution de la position angulaire du maximum de cette densité au cours de la déformation est schématisée Figure 4.12 sur la section à φ_2=0° représentant les lignes d'iso-valeurs du facteur d'orientation en maclage. Les grains de plus en plus nombreux dans des orientations proches de la composante A_1* sont statistiquement plus enclins à macler.

Le mode de déformation conditionne l'amplitude des variations du coefficient d'écrouissage normalisé et les niveaux de déformation correspondant aux transitions des différents stades d'écrouissage. En particulier, le stade B débute à une déformation plus élevée en cisaillement qu'en traction. Ce décalage peut être lié aux différences entre les états locaux de contrainte résultant de la texture initiale et du mode de sollicitation. Les orientations présentes initialement dans le matériau sont en effet plus favorables au maclage dans le cas de la traction, selon les facteurs d'orientation.

Par ailleurs, en cisaillement, l'écrouissage augmente au cours du stade D alors qu'en traction il est uniquement maintenu à un niveau constant. Cette augmentation de l'écrouissage dans le cas du cisaillement peut être liée à l'accélération de la cinétique de maclage en raison de la texture. Dans ce domaine de déformation (stade D), la cinétique de maclage semble plus forte en cisaillement qu'en traction. Cela peut contribuer aux différences observées dans l'évolution du coefficient d'écrouissage entre les deux modes de déformation.

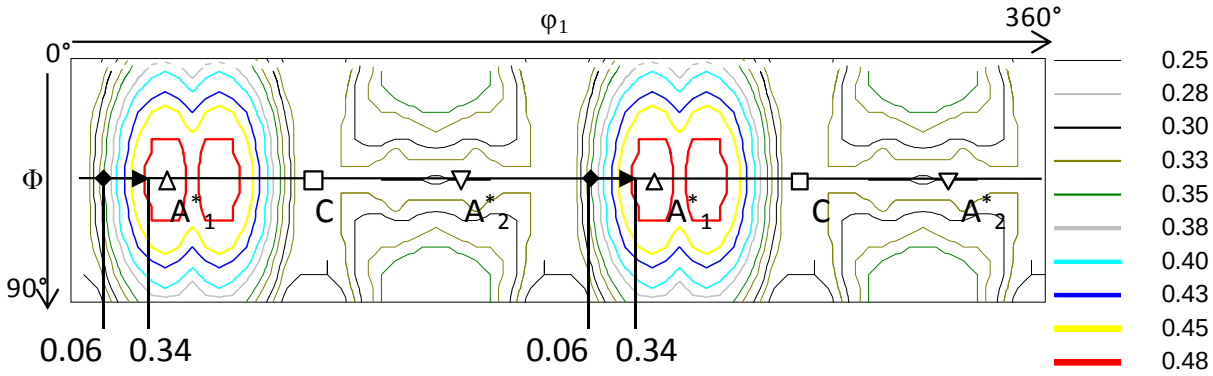


Figure 4.12 Section φ_2=0° de la FDO des facteurs d'orientation en maclage pour un cisaillement négatif.

Comme nous venons de le voir, une variation du trajet de déformation monotone influence fortement les évolutions microstructurales (fraction de macles, configuration des macles), conduisant à des modifications de l'évolution de l'écrouissage normalisé. Les propriétés mécaniques, et notamment le maintient de l'écrouissage à un degré élevé, sont obtenus en traction et en cisaillement grâce à une très forte contribution de l'effet TWIP, qui se manifeste néanmoins différemment suivant le type de sollicitation monotone.

2. Etude du comportement en cisaillement réversible

2.1. Présentation des essais mécaniques

Des essais de cisaillement réversibles ont été réalisés à l'aide du dispositif décrit §1.2 du chapitre 2. Notre objectif était la caractérisation de l'effet Bauschinger. Différents niveaux de pré-déformation (trajet aller) et de déformation finale (trajet retour) ont été testés. La table 4.6 recense les conditions de déformation de chaque essai, ainsi que la déformation plastique totale cumulée.

Cette campagne d'essais n'avait pas pour objectif d'analyser en détail les évolutions microstructurales au cours du cisaillement réversible. Par conséquent, aucun essai interrompu n'a été réalisé, l'étude se limitant aux états finaux de déformation.

Les Figures 4.13a et 4.13b présentent les courbes de contrainte - déformation des différents essais réversibles, respectivement en utilisant les composantes σ_{12} et ε_{12} et les composantes équivalentes σ_{equ} et ε_{equ}. La courbe de chargement monotone en cisaillement est rappelée sur les deux figures. La Figure 4.14 reprend les courbes la Figure 4.13b limitées au trajet inverse et changées de signes pour une comparaison directe avec l'essai monotone. Pour une question de lisibilité, seuls quatre des six essais réalisés sont représentés. L'exploitation de ces courbes nous a permis de caractériser l'effet Bauschinger et d'analyser la nature de l'écrouissage de l'acier Fe-22Mn-0.6C pour des niveaux de pré-déformation allant de 0.06 à 0.21 de déformation équivalente.

Une analyse semblable a été conduite pour des niveaux de pré-déformation inférieure à 0.06, grâce à des essais de fatigue oligocyclique en traction – compression. Les déformations maximales équivalentes qui ont été appliquées sont de 0.005 et 0.01 (Figure 4.15). Les essais de cisaillement ne permettent pas d'obtenir une précision suffisante sur la mesure de la déformation à ces faibles niveaux.

N° essai	Pré-déformation totale ε_{12}	Déformation finale totale ε_{12}	Pré-déformation totale ε_{equ}	Déformation finale totale ε_{equ}	Déformation plastique cumulée
1	0,05	-0,17	0,06	-0,2	0.27
2	0,05	-0,25	0,06	-0,3	0.35
3	0,092	-0,085	0,107	-0,1	0.27
4	0,1	-0,2	0.11	-0.23	0.4
5	0,15	-0,095	0,175	-0,11	0.395
6	0,18	-0,08	0,21	-0,095	0.44

Table 4.6 Récapitulatif des conditions de déformation des essais de cisaillement réversible.

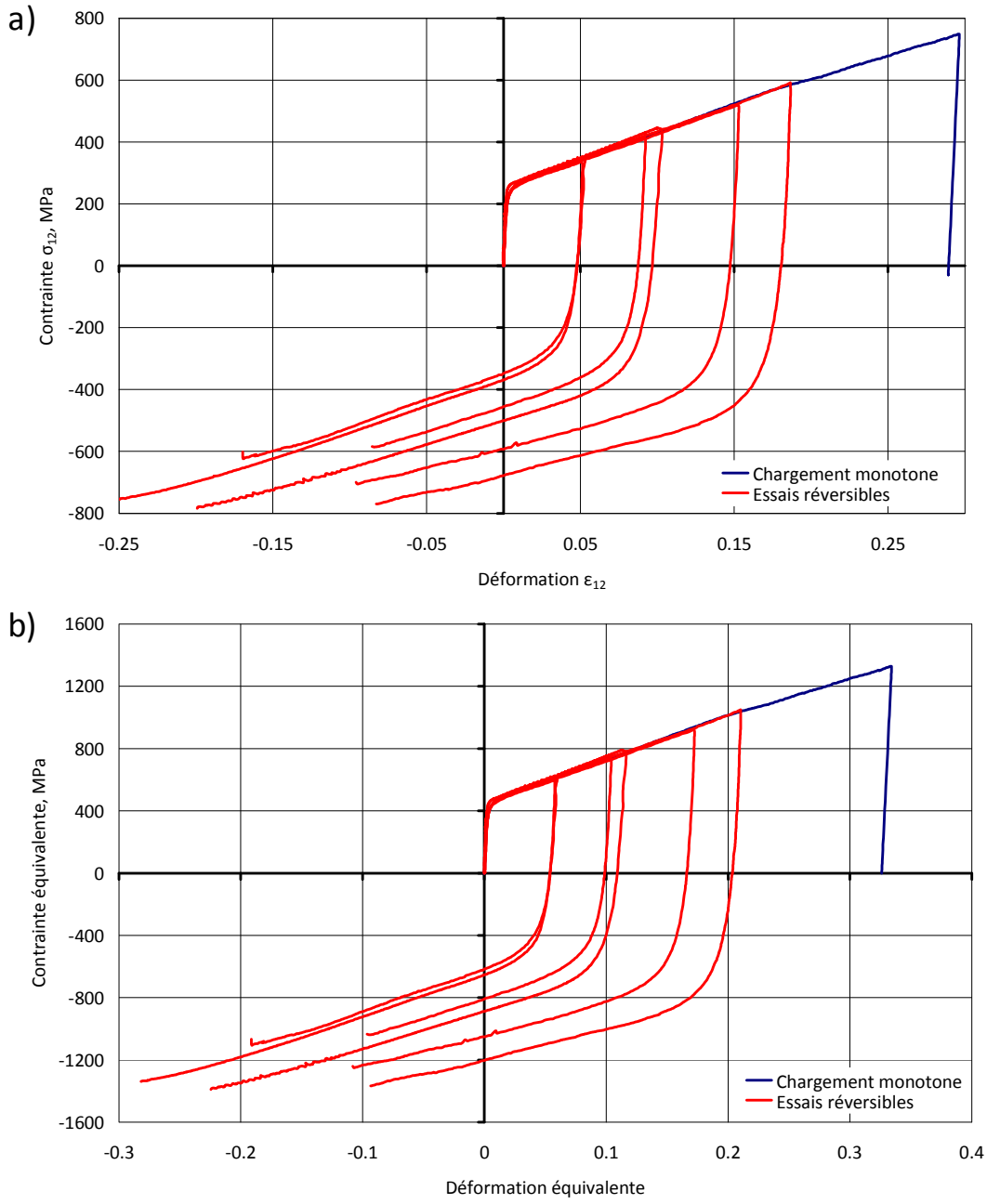


Figure 4.13 Comportement mécanique en cisaillement réversible. (a) *Courbe contrainte* σ_{12} */ déformation* ε_{12}*. (b) Courbe contrainte* σ_{equ} */ déformation* ε_{equ}*. La courbe de chargement monotone est rappelée (courbe bleue).*

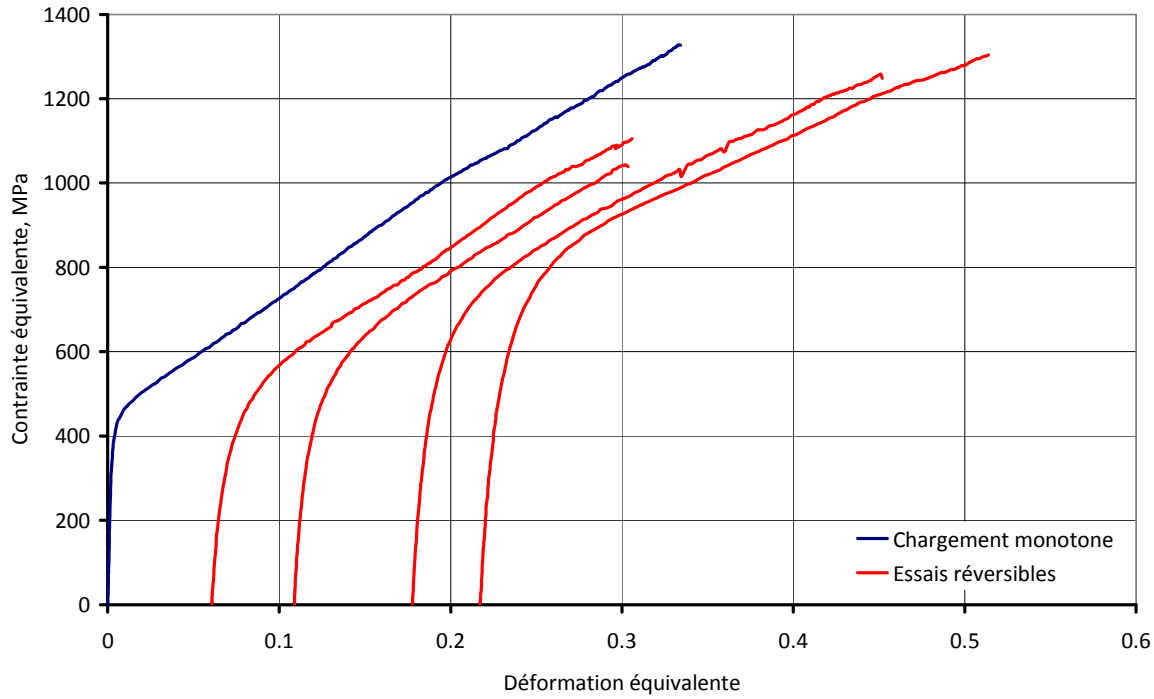


Figure 4.14 Comportement mécanique sur le trajet retour des essais de cisaillement réversible. La contrainte est changée de signe.

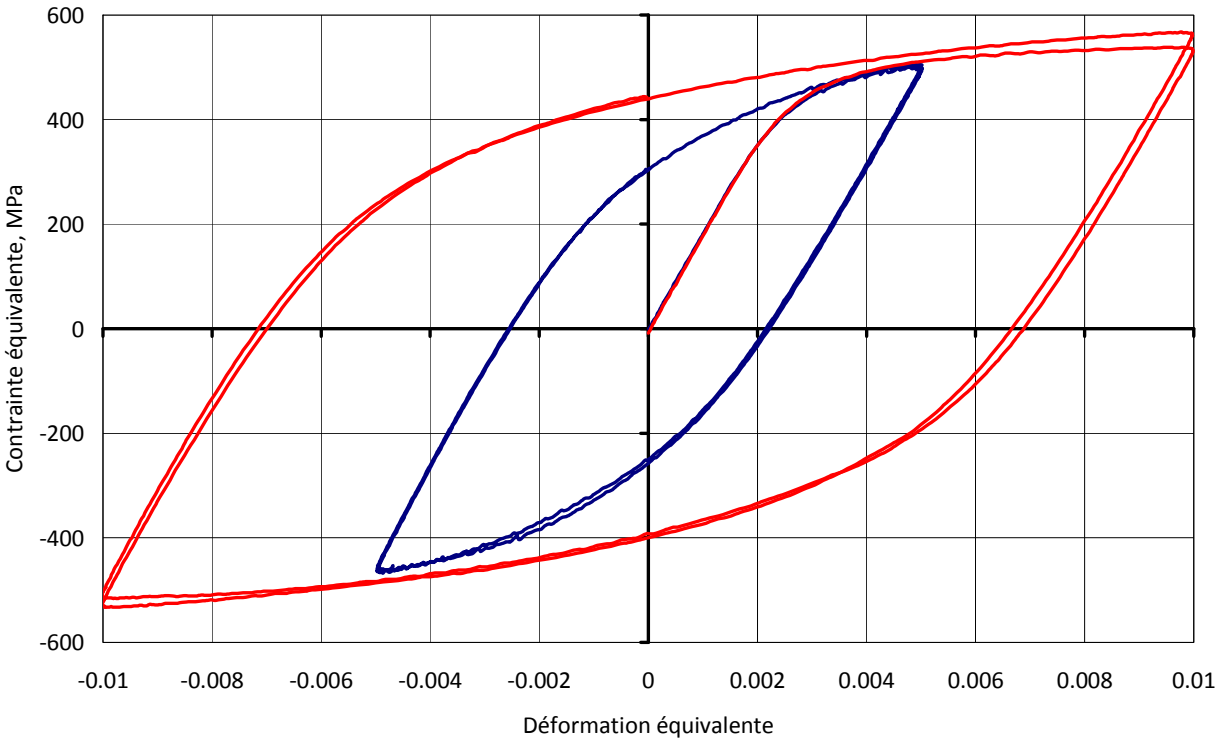


Figure 4.15 Comportement du matériau lors d'essais de fatigue oligocyclique.

2.2. Analyse de l'effet Bauschinger

L'influence de la pré-déformation sur le comportement mécanique lors du trajet retour se manifeste de deux manières :

(i) Par une diminution de la limite d'écoulement plastique lors du trajet retour.
(ii) Par une modification de l'écrouissage au trajet retour par rapport au trajet aller.

(i) Sur les courbes de cisaillement réversible, on observe en effet une diminution de la limite d'écoulement plastique lors du trajet retour par rapport au trajet monotone (Figure 4.14). L'amplitude de cette diminution traduit l'effet Bauschinger (EB). Il peut être quantifié en exploitant les courbes 4.13b et 4.14 (méthode exposée au chapitre 2). Son évolution est donnée Figure 4.16. L'EB est très prononcé et augmente avec le niveau de pré-déformation. Les points de mesures obtenus à partir des essais oligocycliques de traction/compression (0.005 et 0.01 de déformation équivalente) montrent que l'EB augmente très rapidement avec la pré-déformation (260MPa à 0.01 de déformation équivalente). De plus, l'EB ne présente aucun signe de saturation sur la plage de déformation analysée (990MPa à 0.21 de déformation équivalente). L'adoucissement permanent atteint près de 300MPa à 0.21 de déformation équivalente.

(ii) La Figure 4.14 montre un affaissement de la pente de la courbe de comportement mécanique avec l'augmentation du niveau de pré-déformation. Les courbes d'écrouissage normalisé pour le trajet retour ont été calculées pour chacun des essais de la Figure 4.14. La Figure 4.17 présente ces courbes pour les échantillons pré-déformés à 0.06, 0.107, 0.175 et 0.21 de déformation équivalente. La courbe d'écrouissage normalisé de l'essai monotone est également rappelée. On note effectivement une modification de l'écrouissage normalisé lors du trajet retour, en fonction du niveau de pré-déformation. La valeur moyenne du coefficient d'écrouissage normalisé reste élevée mais tend à diminuer avec l'augmentation de la pré-déformation. Elle atteint environ 0.03 pour une pré-déformation de 0.21, alors quelle est supérieure à 0.04 pour le trajet monotone.
Les quatre courbes d'écrouissage après pré-déformation présentent des stades similaires à ceux observés lors du chargement monotone. Nous pouvons notamment observer deux augmentations de l'écrouissage normalisé consécutives à deux chutes, caractéristiques des stades B à E. Néanmoins, l'amplitude des variations et le niveau de déformation à l'initiation (ε_{init}) de chaque stade varient, notamment pour le stade B. L'évolution de ces deux paramètres pour le stade B (amplitude et ε_{init}) est tracée en fonction du niveau de pré-déformation sur la Figure 4.18. La valeur de la pré-déformation a été soustraite de la déformation ε_{init} pour que l'ensemble des valeurs soient comparables. Pour l'ensemble des essais de cisaillement réversible, la déformation à l'initiation ε_{init} du stade B est plus élevée que lors du trajet monotone. Néanmoins, ε_{init} tend à diminuer avec l'augmentation de la pré-déformation. De plus, l'amplitude de l'augmentation du coefficient d'écrouissage diminue avec l'augmentation de la pré-déformation. Ainsi, Le stade B ne présente plus de variation de l'écrouissage, mais un écrouissage constant à 0.21 de pré-déformation équivalente. Dans le cas du stade D, ces deux paramètres sont moins affectés par le niveau de pré-déformation.

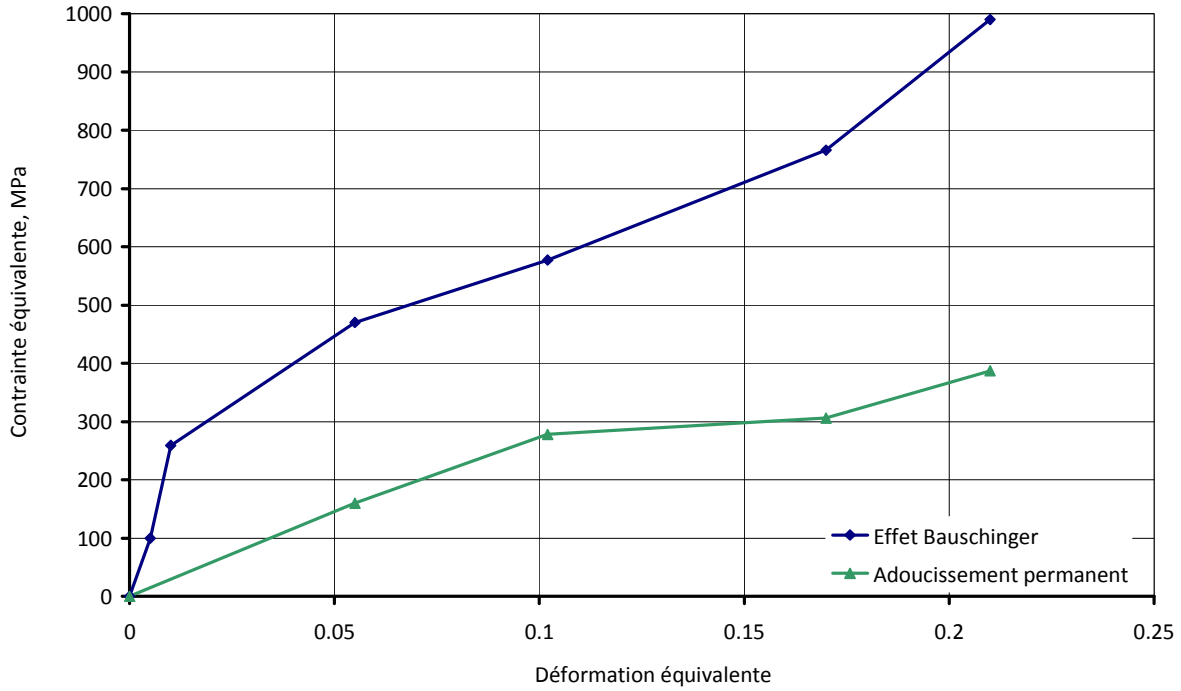


Figure 4.16 Evolution de l'effet Bauschinger déterminé à partir des essais de cisaillement réversible.

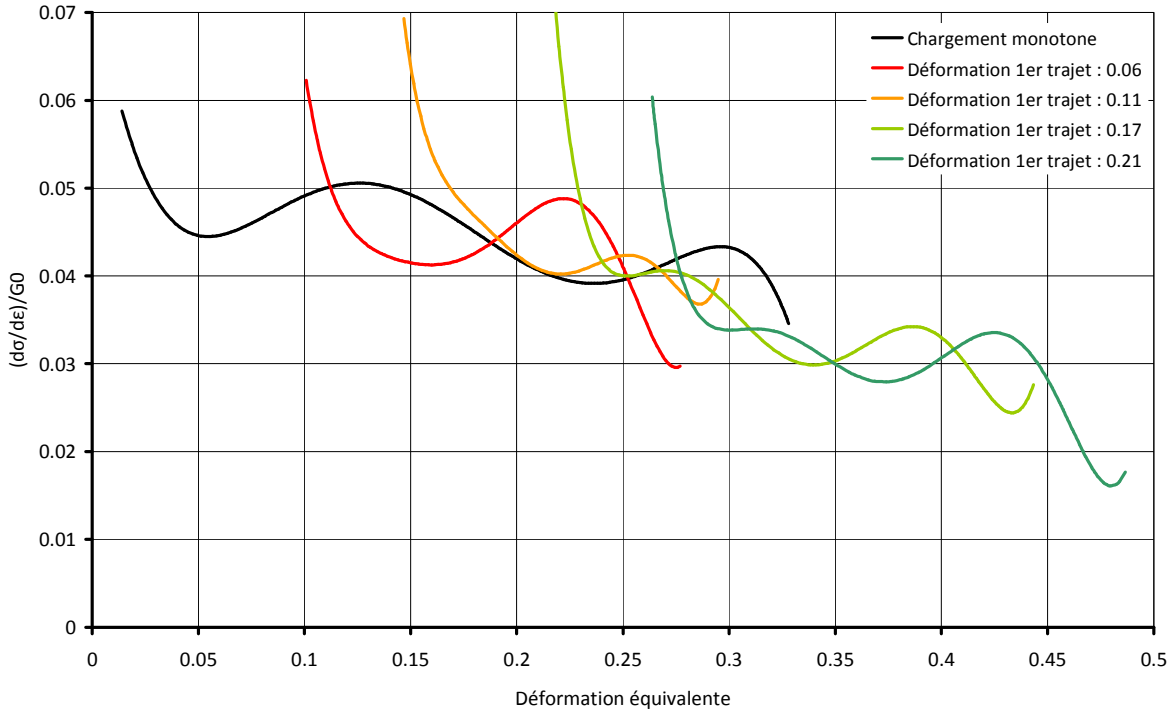


Figure 4.17 Evolution de l'écrouissage normalisé sur le trajet retour pour différents niveaux de pré-déformation. L'évolution de l'écrouissage normalisé lors du trajet monotone est rappelée (courbe noir).

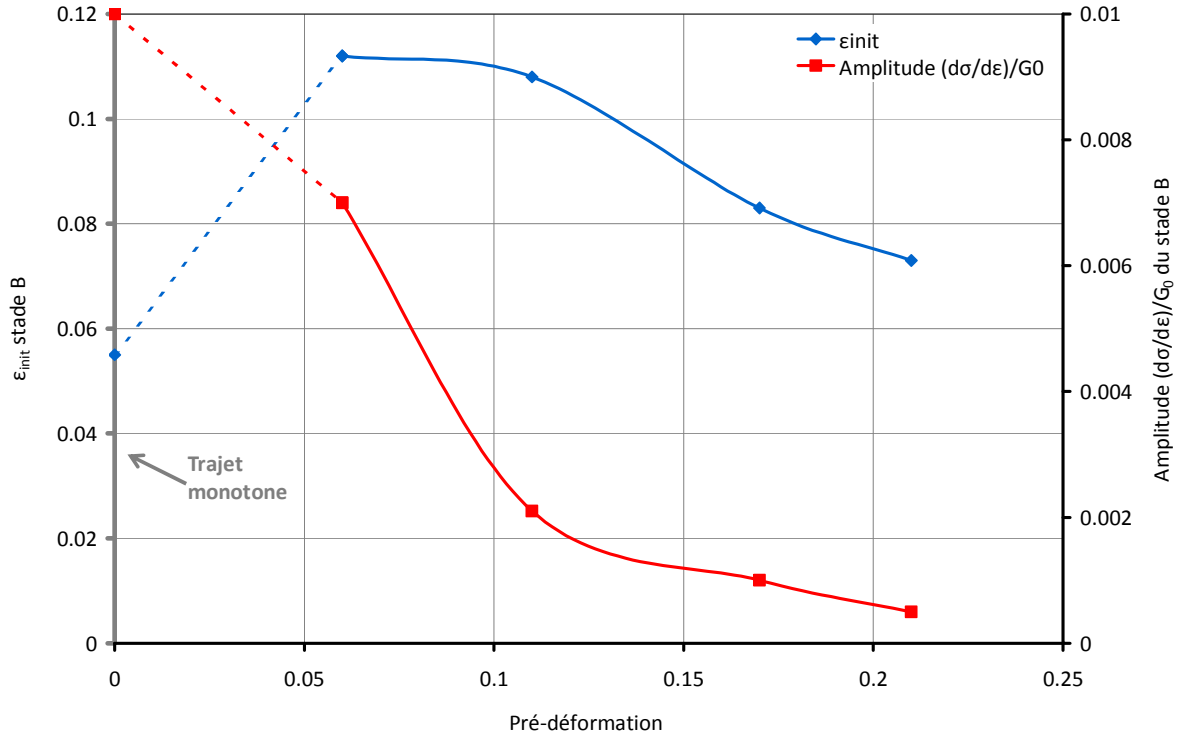


Figure 4.18 Evolutions de la déformation à l'initiation et de l'amplitude du stade d'écrouissage B en cisaillement réversible, en fonction du niveau de pré-déformation imposée.

2.3. Analyse de la nature de l'écrouissage

Nous venons de mettre en évidence l'importance de l'effet Bauschinger lors de la déformation en cisaillement réversible de l'acier TWIP Fe-22Mn-0.6C à petits grains. Cet effet Bauschinger dépend de l'état de contrainte du matériau à la fin du trajet monotone direct. On distingue en particulier 3 contributions de contrainte durant le trajet monotone qui forment la contrainte d'écoulement totale [LEM92] :

$$\sigma = \sigma_0 + \sigma_f + \sigma_b \text{ avec } \sigma_b = \frac{EB}{2} \qquad 4.1$$

où σ_0 est la limite élastique initiale (390MPa à 0.2%)
σ_f la contrainte d'origine isotrope
σ_b la contrainte d'origine cinématique.

La contrainte cinématique est aussi appelée 'contrainte retour' (back stress). Elle s'oppose au glissement des dislocations lors du trajet monotone et assiste la déformation dans le cas d'une inversion de la sollicitation. C'est cette contrainte qui est à l'origine de la baisse de la limite élastique observée sur les Figures 4.13 et 4.14.

Les essais réversibles nous permettent de déterminer ces différentes contributions pour plusieurs niveaux de pré-déformation imposés lors du trajet monotone (voir chapitre 2). Les résultats sont donnés Figure 4.19. La contrainte d'origine cinématique par définition

évolue de la même manière que l'effet Bauschinger. Elle augmente très vite avec la déformation et représente à 0.01 de déformation équivalente 130MPa (environ 30% de la contrainte d'écoulement totale). Sur l'ensemble de la plage de déformation étudiée, *i.e.* jusqu'à 0.21 de déformation équivalente, l'écrouissage cinématique continue d'augmenter et atteint 495MPa en fin de déformation. Dans le même temps, la contribution isotrope augmente également avec la déformation mais de manière bien moins prononcée. Son évolution dans les premiers stades de la déformation est moins importante et elle atteint 190MPa en fin de déformation. L'écrouissage est donc avant tout de type cinématique, avec une contribution moindre de la contrainte d'origine isotrope.

Il est généralement admis que la contrainte en retour (back stress) est due à des empilements de dislocations sur des obstacles [ORO59]. Les hétérogénéités microstructurales générées par la déformation plastique créent un champ local de contrainte et conduisent au développement de contraintes internes résiduelles durant le trajet monotone.

Par conséquent pour analyser cet écrouissage cinématique, il faut s'appuyer sur l'étude détaillée de la microstructure de déformation lors du trajet monotone direct (en particulier pour les niveaux de déformation faibles et dans tous les cas inférieurs à ε_{eq}=0.21 – niveau maximum de la pré-déformation).

On rappelle que les éprouvettes sollicitées en cisaillement avec des déformations équivalentes de 0.06, 0.11 et 0.175 ont été caractérisées par EBSD (chapitre 4 §1.3). Par ailleurs l'étude des microstructures de déformation peut aussi s'appuyer sur l'étude plus détaillée réalisée dans le cas de la traction, intégrant des campagnes de caractérisation par EBSD mais aussi par microscopie à transmission pour les états faiblement déformés (déformations équivalentes de 0.02 et 0.05). Bien que l'analyse microstructurale ait révélé des différences dans la mise en place de la microstructure de maclage entre les cas de la traction DL / DT et du cisaillement DL / traction DL, les états faiblement déformés (en traction DT) permettent d'analyser l'interaction glissement / maclage et la contribution très forte de la contrainte cinématique pour des niveaux de déformation équivalentes faibles de 0.02 et 0.05.

D'ailleurs, les mesures de l'effet Bauschinger pour des niveaux de déformation équivalente encore plus faibles de 0.005 et 0.01 ont été déduites d'essais de traction / compression. Dans ce cas il est tout à fait justifié de s'appuyer sur la microstructure mise en place lors d'un essai de traction.

Pour l'acier TWIP Fe-22Mn-0.6C à petits grains (taille moyenne : 2.6µm), l'étude expérimentale menée sur les essais monotones a permis de mettre en évidence les résultats suivants, en lien avec le développement le développement du fort écrouissage cinématique.

Dans le cas des déformations faibles (essentiellement étudiées en traction en microscopie à transmission), de fortes densités de dislocations sont observées au sein des grains (cf. les micrographies en champ clair Figure 3.8 du chapitre 3), qui donnent lieu à d'importantes désorientations intragranulaires dès les premiers stades de déformation. Dans certains grains, la désorientation cumulée est de 1°/µm (cf. cartographie d'orientation réalisée en MET Figure 4.20). La Figure 4.20c montre le gradient d'orientations à longue distance. Le code de couleur indique l'écart de l'orientation mesurée à l'orientation moyenne du grain. Le gradient d'orientations à courte distance illustré Figure 4.20d, où le code de couleur renseigne sur la désorientation moyenne entre un pixel et ses proches

voisins. Dans les deux cas, les variations maximales d'orientations sont localisées à proximité des obstacles aux mouvements des dislocations, *i.e.* aux joints de grains et de macles. Ces fortes variations des orientations au sein des grains révèlent la présence d'importantes densités de dislocations induites par la déformation et de leurs accumulations dans le voisinage d'obstacles. Ces constatations plaident pour une activité plastique très intense dès le début de la déformation.

Dans le cas des déformations plus importantes (essentiellement étudiées en EBSD), la fraction de macles augmente avec l'augmentation de la déformation. La Figure 4.21a illustre l'augmentation de la fraction de macles avec l'accroissement de la déformation en traction. On rappelle qu'en cisaillement on estime qualitativement que cette fraction est plus faible pour les faibles déformations et plus élevée pour les déformations importantes). Dans le cas présent, l'activation des macles est toujours associée à une activité plastique importante. La variation des désorientations intragranulaires selon les états de déformation (Figure 4.21b) a été déterminée par EBSD. Les valeurs moyennes et les dispersions des désorientations augmentent de manière continue avec la déformation. L'analyse des désorientations par EBSD, sur un échantillon déformé à 0.2 de déformation équivalente en traction (Figure 4.22), montre que les désorientations les plus fortes sont localisées aux joints de grains et aux joints de macles. Les macles, dont la fraction volumique augmente de façon continue avec la déformation, sont de nouveaux obstacles au glissement des dislocations. L'empilement des dislocations aux joints de macles contribue donc à renforcer la contrainte en retour déjà élevée dans un matériau à petit grains. L'augmentation de la contrainte en retour ne fait pas apparaître de saturation jusqu'à 0.21 de déformation équivalente, puisque la fraction de macle continue à croître.

L'effet combiné du maclage mécanique et de l'activité plastique par glissement des dislocations, à travers leurs interactions permet de justifier l'importance de la contribution cinématique, et donc de l'effet Bauschinger.

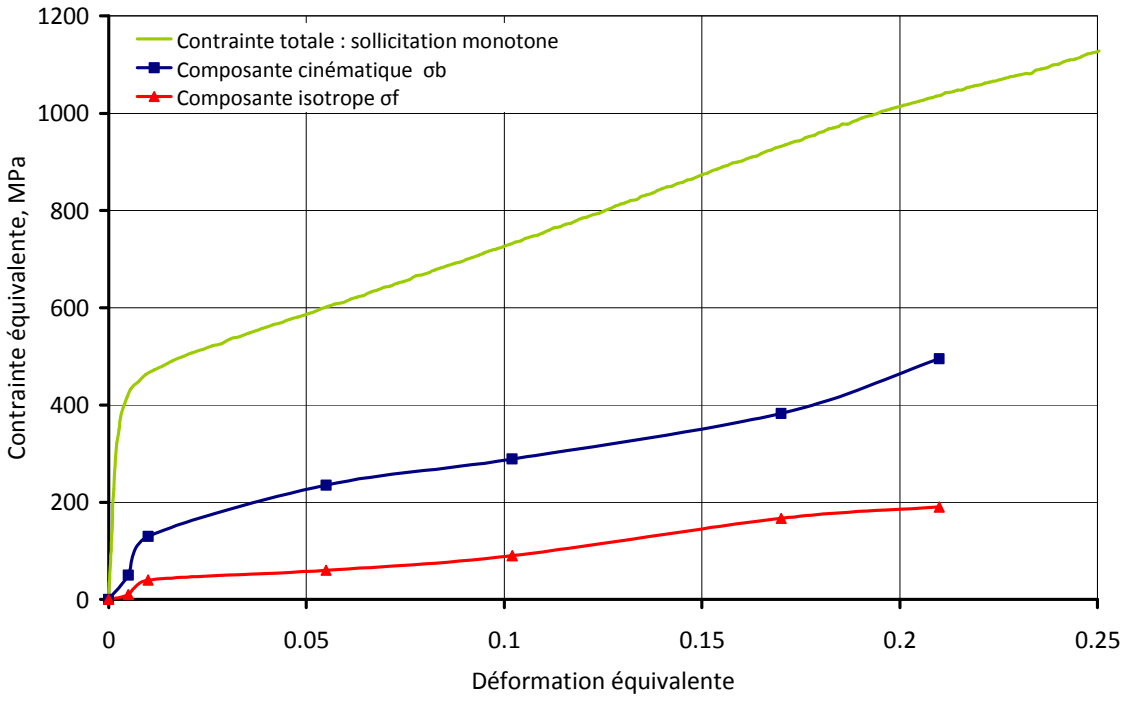


Figure 4.19 Evolution des contributions cinématique et isotrope à la contrainte d'écoulement totale lors d'un essai monotone.

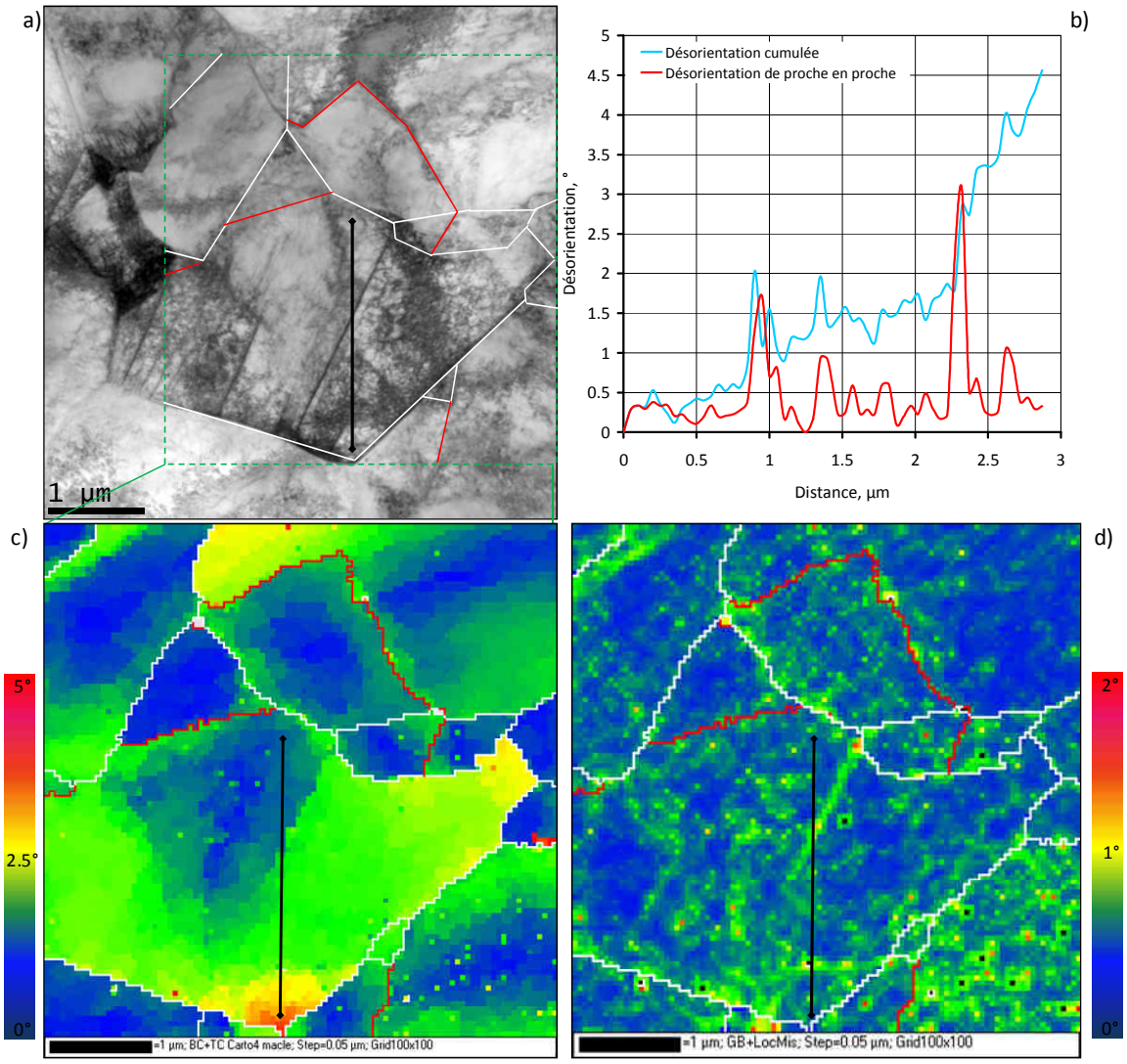


Figure 4.20 Analyse des orientations au MET sur un échantillon déformé à 0.05 de déformation équivalente en traction. (a) Micrographie en champ clair de la zone analysée. (b) Profil de désorientation le long de la line noire dans 3a. (c) Gradient d'orientations à longue distance révélé par la variation d'orientation par rapport à l'orientation moyenne du grain. (d) Gradient d'orientations à courte distance révélé par la désorientation moyenne entre pixel voisins. Les joints de grains<3° sont représentés en blanc. Les joints de type Σ3 (joint de macle) sont représentés en rouge.

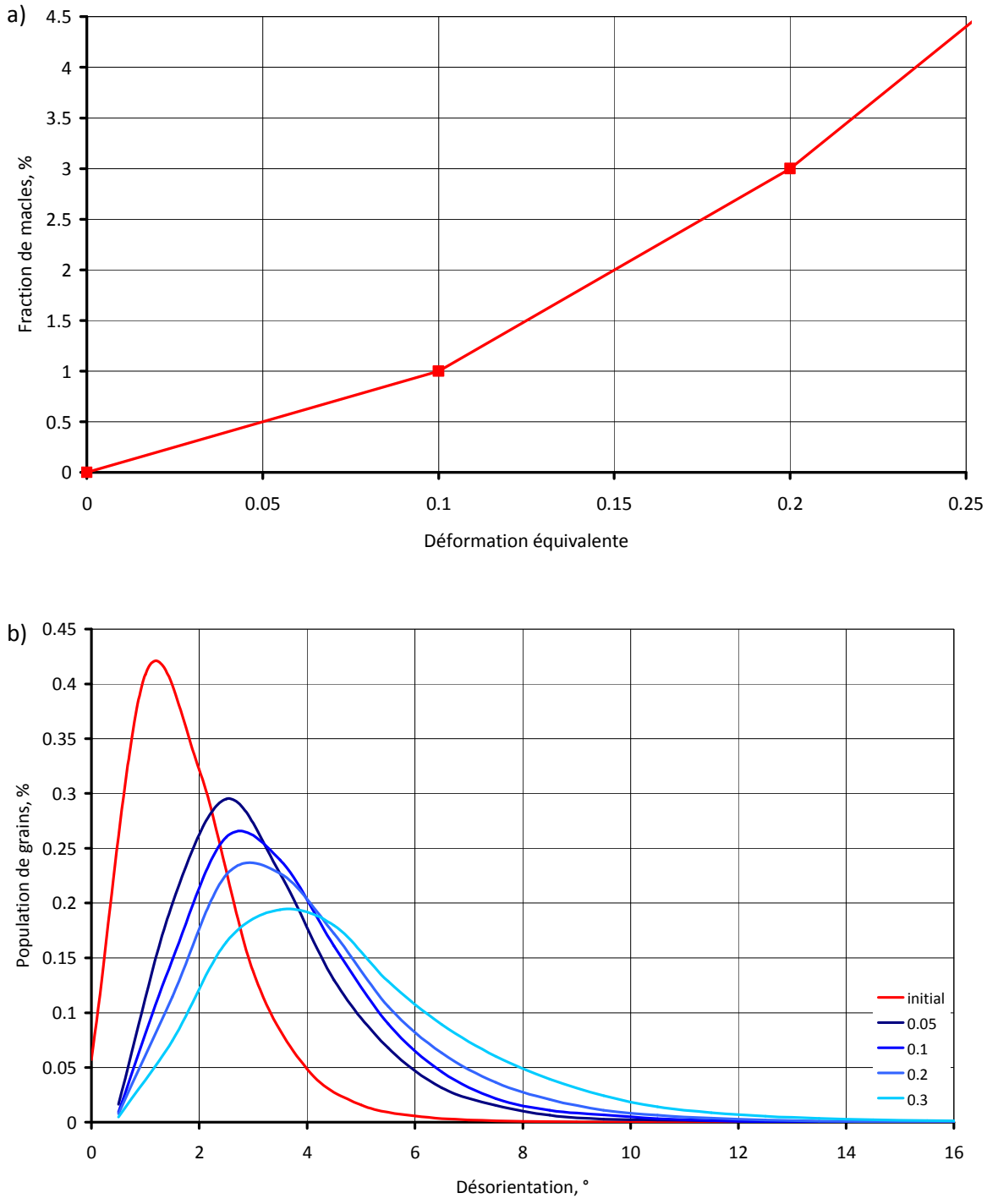


Figure 4.21 (a) Variation de la fraction estimée de macles en fonction de la déformation vraie. (b) Variations de la distribution des désorientations intragranulaires en fonction de la déformation vraie en traction (des résultats semblables sont obtenus pour le cisaillement).

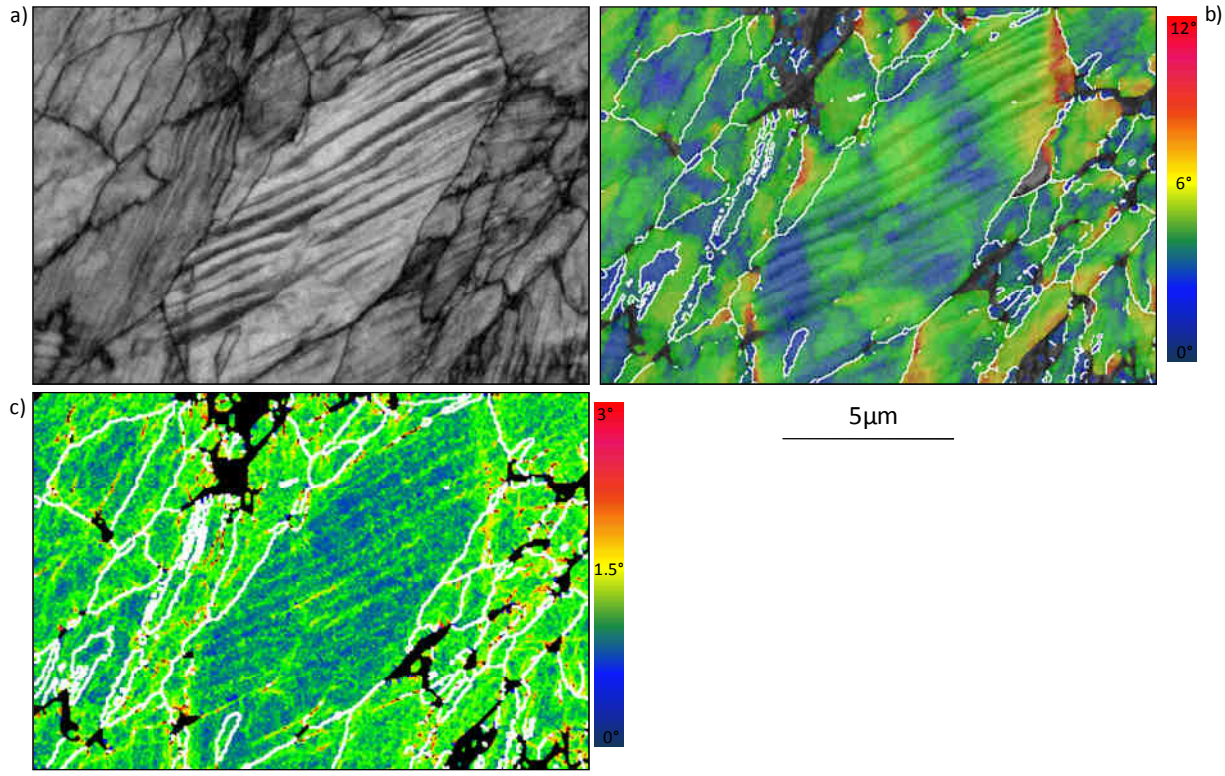


Figure 4.22 Analyse par EBSD des désorientations intragranulaires sur un échantillon déformé à 0.2 de déformation équivalente en traction. (a) Cartographie en contraste de bandes. (b) Gradient d'orientations à longue distance révélé par la variation d'orientations par rapport à l'orientation moyenne du grain. (c) Gradient d'orientations à courte distance révélé par la désorientation moyenne entre pixels voisins. Les joints de grains<3° sont représentés en blanc (Indaxation=70%).

2.4. Evolution de texture et de microstructure en cisaillement réversible – influence sur l'évolution de l'écrouissage normalisé

Les essais de cisaillement réversible (table 4.6) ont permis de caractériser l'influence d'une pré-déformation sur le comportement mécanique de l'acier TWIP lors du trajet retour. L'influence de cette pré-déformation se manifeste de deux manières: (i) par une diminution de la limite d'écoulement plastique lors du trajet retour (effet Bauschinger), (ii) par une diminution de l'écrouissage au trajet retour par rapport au trajet aller (Figures 4.13 et 4.17).

Dans la partie précédente, nous avons montré que la pré-déformation génère de fortes contraintes internes, lors du trajet aller. Les contraintes résiduelles qui en découlent concourent à la diminution de la limite d'écoulement plastique lors du trajet retour et agissent sur les mécanismes de déformation actifs au trajet retour.

Le développement de la microstructure et de la texture lors du second trajet de déformation est directement lié aux mécanismes de déformation mis en jeu. Au trajet retour l'examen de l'évolution de la microstructure et de la texture nous permet d'analyser les mécanismes de déformation actifs et de discuter l'implication de la microstructure sur le comportement mécanique (en particulier l'évolution de l'écrouissage). Ainsi, les échantillons sollicités en cisaillement réversible ont tous été analysés par diffraction de rayons X et par

EBSD. Les résultats présentés dans cette partie permettent de caractériser l'évolution de microstructure et de texture lors du trajet retour.

2.4.1. Texture de déformation lors du trajet réversible

Les textures lors du cisaillement réversible sont représentées dans le repère (DL,DT,DN), identique à celui du trajet aller. Par conséquent, la déformation lors du trajet retour se fait dans le sens positif (cisaillement positif par opposition au cisaillement négatif dans le cas monotone). Les figures de pôles expérimentales sont toujours mesurées avec la méthode présentée en annexe A.

La Figure 4.23 présente la texture lors du cisaillement réversible au moyen des figures de pôles {100}{110}{111} et les sections de la FDO à φ_2=0° et φ_2=45° pour deux valeurs de déformation au trajet retour correspondant aux déformations équivalentes -0.2 (Figure 4.23b,e) et -0.3 (Figure 4.23c,f). La déformation au trajet aller était faible pour les deux essais (déformation équivalente 0.06, la texture est rappelée Figure 4.23a,d). L'évolution de l'indice de texture pour l'ensemble des essais de cisaillement réversible est donnée Figure 4.24. L'évolution relative au trajet monotone est également rappelée. L'indice de texture pour les essais réversibles correspond à la déformation finale atteinte lors du trajet retour.

La Figure 4.23 montre que le cisaillement réversible, de la même manière que pour le cisaillement monotone, conduit à un alignement progressif du plan {111} et de la direction <110> de cisaillement cristallographique avec le plan et la direction de cisaillement macroscopique (voir les figures de pôles {110} et {111}). Les sections de la FDO après le cisaillement réversible (Figure 4.23e-f) montrent que trois densités d'orientations se renforcent avec la déformation : deux densités se concentrent au voisinage des composantes A_1* et C pendant qu'une troisième tend progressivement vers A_2*. Leurs intensités augmentent avec le niveau de déformation finale au trajet retour. Parmi ces 3 densités d'orientations, celles proches de A_1*, A_2* sont les plus marquées.

Dans le cas du cisaillement négatif, nous avions constaté que deux densités d'orientations se développaient à proximité des composantes A_2* et C, une troisième densité tendant progressivement vers A_1* (voir §1.2, Figure 4.3). Cette distribution des orientations commence à se mettre en place après la déformation équivalente de +0.06 (Figure 4.23a). Comme on définit les orientations dans un même repère macroscopique pour le trajet aller et le trajet retour, on observe que l'évolution des densités d'orientations est plus marquée entre la fin du trajet aller et la fin du trajet retour.

Les Figures 4.23a-b-c permettent de suivre cette évolution. Une explication possible de cette évolution est que, au trajet retour, on favorise dans un premier temps les rotations cristallines inverses de celles du trajet aller (jusqu'à atteindre une déformation finale nulle). Cet effet tendrait dans un premier temps à diminuer l'intensité de la texture obtenue lors du trajet aller. Lorsqu'on augmente la déformation au trajet retour (vers des déformations finales en valeur absolue supérieure à 0), on peut présumer que l'on intensifie les nouvelles orientations stables du trajet retour.

Cette hypothèse est confortée par la simulation de l'évolution de texture lors du cisaillement réversible (simulation non présentée ici, réalisée avec un modèle auto-cohérent élasto-viscoplastique présenté au chapitre 5). Idéalement, pour pouvoir confirmer cette hypothèse, il aurait été nécessaire de réaliser un essai additionnel de cisaillement réversible interrompu menant à une déformation finale nulle et de déterminer la texture correspondante. Malheureusement, cet essai n'a pas pu être réalisé suite à un dysfonctionnement du dispositif de cisaillement.

L'évolution de l'indice de texture lors du trajet retour est proche de celle observée pour le trajet aller (Figure 4.24). On observe bien une augmentation progressive de l'acuité de texture avec la déformation du trajet retour. Il semble cependant qu'au-delà de 0.15 de déformation équivalente finale, la texture induite par le cisaillement réversible soit légèrement moins prononcée que dans le cas d'une déformation monotone. Pour une déformation équivalente finale de 0.3, l'indice de texture est de 2.17 lors du trajet monotone et de 1.9 lors du trajet réversible.

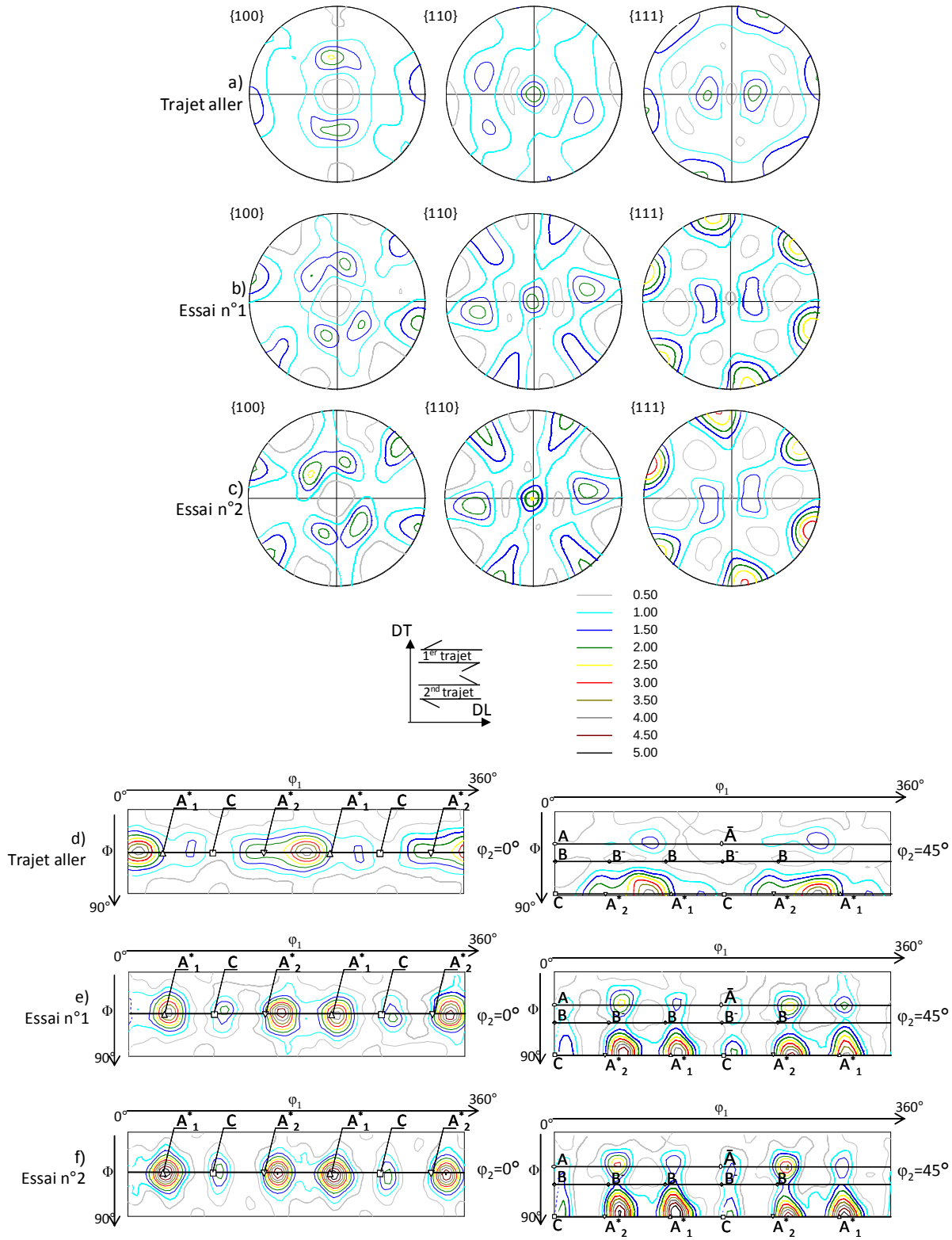


Figure 4.23 *Figures de pôles {100}, {110} et {111} et section de la FDO à φ_2=0° et φ_2=45° pour les essais en cisaillement aller et réversible n°1 et 2. Niveaux de déformation respectifs : +0.06 (a-d); +0.06/-0.20 (b-e); +0.06/-0.3 (c-f) de déformation équivalente.*

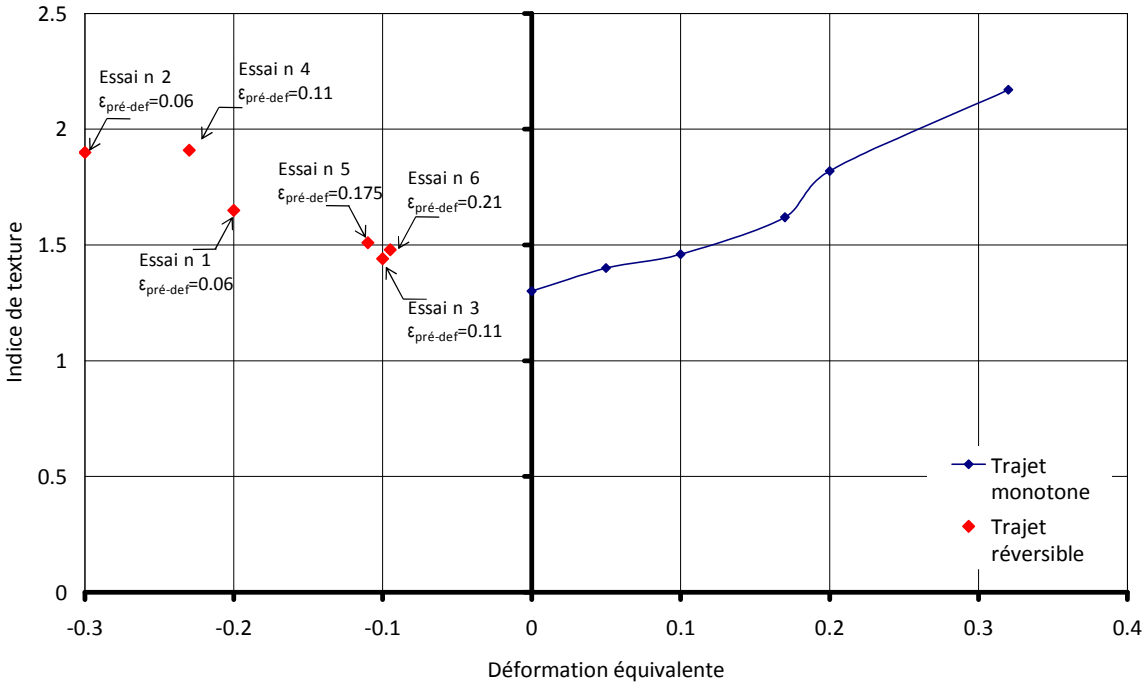


Figure 4.24 Evolution de l'indice de texture lors du cisaillement réversible. L'évolution lors du trajet monotone est rappelée. Le numéro d'essai fait référence à la Table 4.6.

Le niveau de pré-déformation affecte peu la texture macroscopique obtenue en fin d'essai. Les échantillons n°3, 5 et 6 ont tous été pré-déformés différemment (respectivement à 0.107, 0.175 et 0.21 de déformation équivalente) mais présentent des déformations finales quasi identiques (respectivement 0.1, 0.11 et 0.095 de déformation équivalente). Leurs niveaux de déformation cumulée sont bien sûr différents (table 4.6).

Pourtant, les valeurs de leur indice de texture sont très proches, respectivement 1.44, 1.48 et 1.51. Les positions des composantes d'orientations principales de déformation sont identiques et les intensités proches ; on note une légère augmentation de l'intensité de la composante A_1* avec le niveau de pré-déformation (Figure 4.25 - sections de la FDO à φ_2=0° et à φ_2=45° pour les trois essais).

Le niveau de déformation finale au trajet retour semble déterminer la texture macroscopique finale. Le niveau de pré-déformation et la déformation totale cumulée semblent peu affecter la texture. Cela peut s'expliquer par deux faits : (1) les niveaux de pré-déformation sont faibles et par conséquent les textures de cisaillement peu marquées, et (2) la première partie du trajet retour (jusqu'à une déformation macroscopique nulle) a probablement tendance à effacer la texture résultant du trajet aller (comme discuté précédemment).

Cependant du point de vue des microtextures, des différences significatives sont mises en évidence en fonction du niveau de pré-déformation. Ce point est analysé en détail dans la partie suivante.

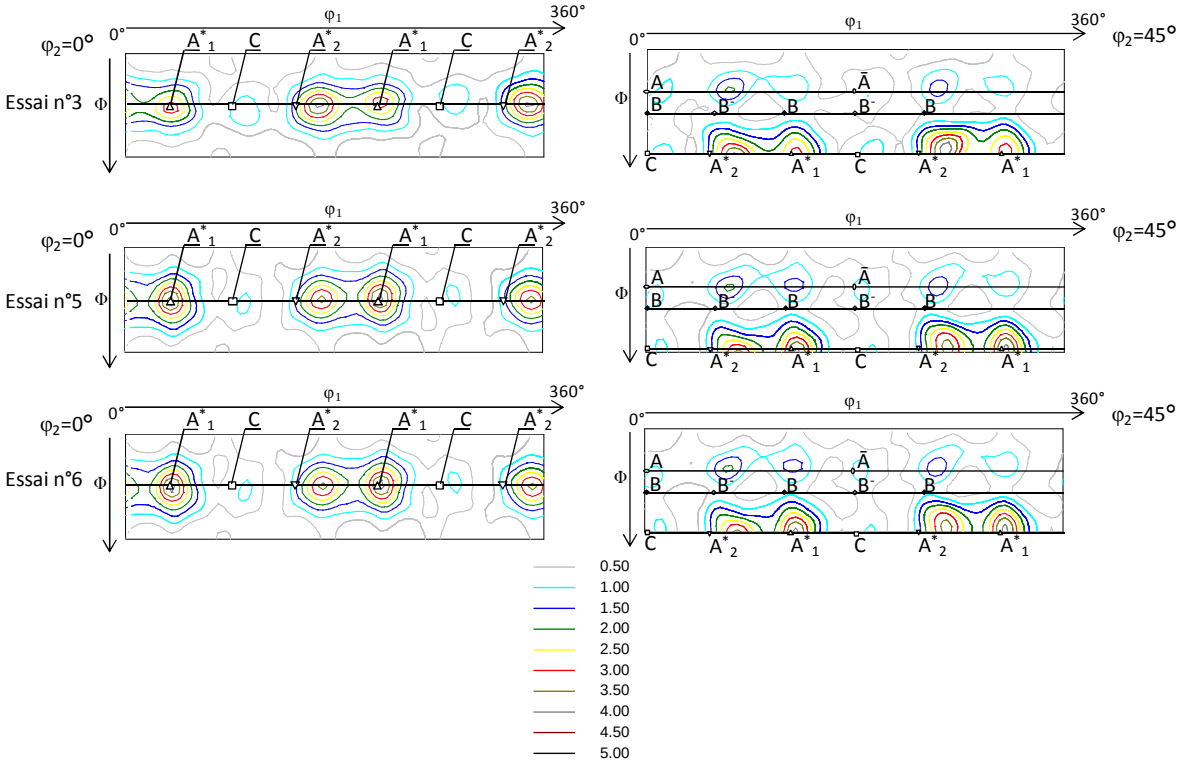


Figure 4.25 Section de la FDO à φ_2=0° et φ_2=45° pour les essais en cisaillement réversible n°3, 5 et 6. Niveaux de déformation respectifs : +0.107/-0.1 ; +0.0.175/-0.11 ; +0.21/-0.095 de déformation équivalente.

2.4.2. Evolution de microstructure lors du trajet réversible

La Figure 4.26 présente les évolutions microstructurales des essais n°1 et 2, où les éprouvettes ont toutes deux été pré-déformés à 0.06 de déformation équivalente. Les déformations au trajet retour sont respectivement de -0.2 et -0.3 de déformation équivalente. La microstructure de pré-déformation (trajet aller) est également rappelée Figure 4.26. A 0.06 de pré-déformation équivalente, les premières macles mécaniques apparaissent dans les grains les plus gros, donnant une augmentation de l'écrouissage (stade B – voir la §1).

Avec l'augmentation de la déformation au trajet retour, la microstructure de maclage se renforce : une plus grande proportion de grains active du maclage et les faisceaux de macles se densifient. Un seul système de maclage est majoritairement actif dans l'ensemble des grains, comme cela a été observé lors du chargement monotone. Nous pouvons également observer que les grains d'orientations voisine de la composante A_2* (en bleu) génèrent par maclage des orientations appartenant à la composante A_1* (en rouge), soit l'inverse de ce qui avait été observé lors du trajet aller.

La table 4.7 donne les valeurs maximales du facteur d'orientation pour les orientations principales de cisaillement dans le cas d'une sollicitation négative (trajet aller) et positive (trajet retour). Lors du trajet retour, ce sont en effet les orientions appartenant à A_2* qui sont le plus favorablement orientées pour macler. Durant le trajet aller, ces orientations étaient plus favorables au glissement. Nous n'y avions pas observé de macles

mécaniques. Comme nous pouvons le voir sur la Figure 4.26, en particulier pour l'essai n°2, les grains représentés en bleu, aux orientations voisines de la composante A_2*, présentent des macles mécaniques. Les grains aux orientations voisines de la composante A_1*, représentés en rouge sur la Figure 4.26, présentent également des macles. Ces macles ont majoritairement été activées durant le trajet aller de déformation. En effet, lors du trajet retour, les grains aux orientations voisines de la composante A_1* ne sont plus favorablement orientés pour macler. Cela suggère qu'au trajet retour on active préférentiellement de nouvelles macles dans les grains n'ayant pas maclés au trajet aller.

Cette analyse suggère également qu'il n'y a pas de phénomène de « dé-maclage » dans les aciers TWIP. Dans certains cas, notamment dans les matériaux hexagonaux [PRO07], il semblerait que le « dé-maclage » soit possible. En effet, des observations obtenues en EBSD ont révélé une diminution (non quantifiée) de la fraction de macles [PR007]. Néanmoins, aucun résultat statistiquement fiable n'a été obtenu. De plus, la morphologie des macles dans les matériaux hexagonaux diffère très fortement de celle observée dans notre cas. Elles sont très épaisses (épaisseur > 1µm) et peuvent être déformées plastiquement, par glissement et par maclage. Ce phénomène de « dé-maclage » semble peu probable dans le matériau de l'étude.

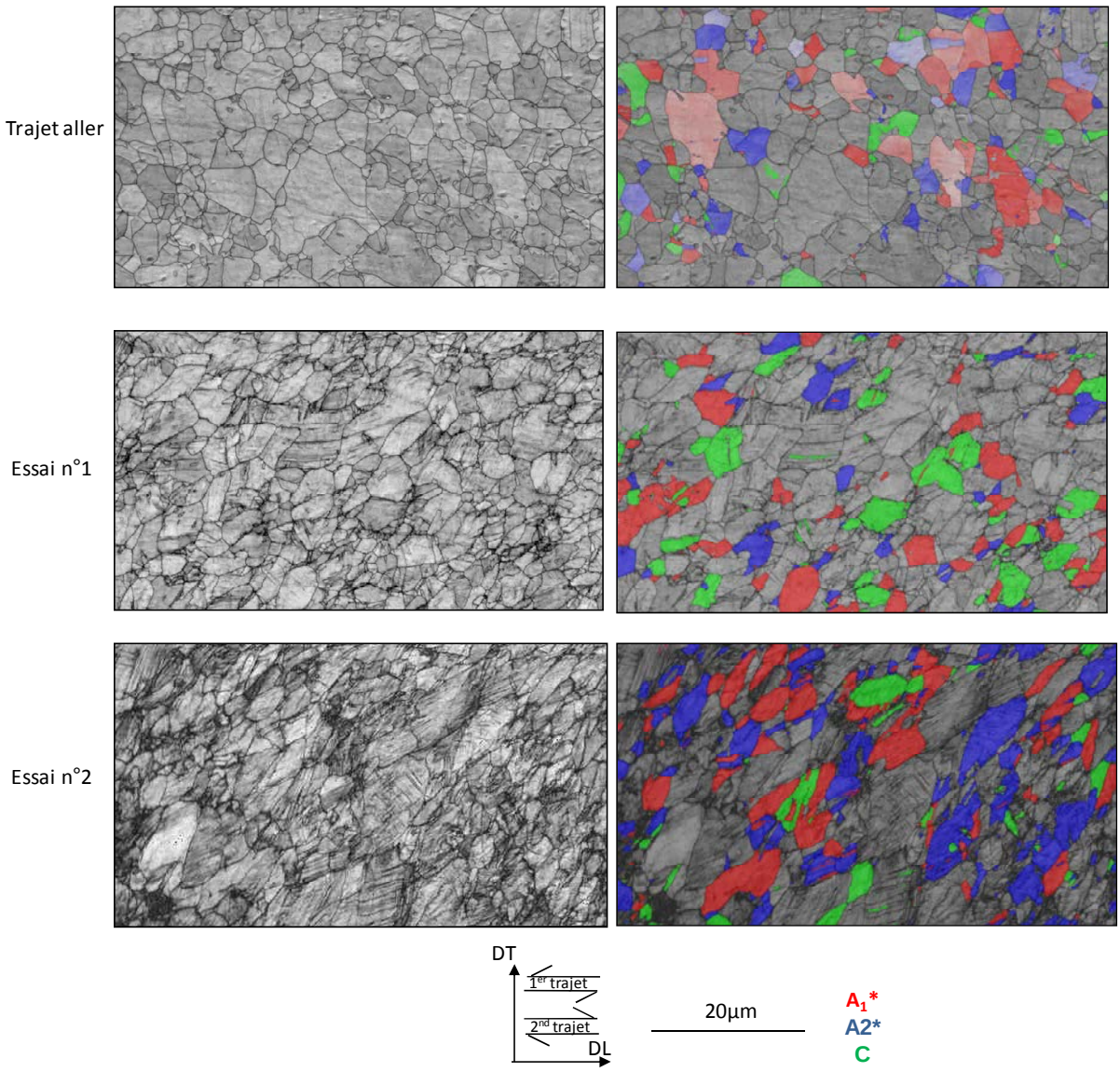


Figure 4.26 Cartographies EBSD (contraste de bande et localisation des orientations principales A1, A2* et C) pour les essais en cisaillement monotone et réversible n°1 et 2. Niveaux de déformation respectifs - ε_{eq} : +0.06 ; +0.06/-0.20 ; +0.06/-0.3 (respectivement, indexation=96%, 81%, 63%).*

Orientation	Facteur d'orientation			
	Cisaillement négatif (pré-déformation)		Cisaillement positif (déformation retour)	
	Glissement	Maclage	Glissement	Maclage
A_1*	0.43	0.49	0.43	0.24
A_2*	0.43	0.24	0.43	0.49
C	0.28	0.24	0.28	0.24

Table 4.7 Facteur d'orientation des orientations principales de cisaillement, pour le maclage et le glissement, calculé pour une sollicitation négative et positive.

La comparaison des essais n°1 et 2 montre également que la déformation au trajet retour augmente le nombre et l'étendue des zones de très fortes déformations. Ces zones sont caractérisées par un très faible indice de qualité des clichés de Kikuchi. La formation de sous-joints intragranulaires devient de plus en plus importante avec l'augmentation de la déformation au trajet retour et conduit à une microstructure de plus en plus perturbée. Par ailleurs, on note une évolution morphologique des grains, qui s'allongent dans une direction à 45° de la direction de cisaillement. Ces différentes observations, *i.e.* les zones de fortes déformation et la formation de sous-joints, sont le signe d'une activité plastique très intense.

2.4.3. Influence de la microstructure / texture de pré-déformation sur l'évolution microstructurale lors du trajet retour

Afin d'analyser l'influence de la microstructure de pré-déformation sur l'évolution microstructurale lors du trajet retour, nous pouvons comparer les essais n°3 et 6, pré-déformés respectivement à 0.107 et 0.21 de déformation équivalente. Ces deux échantillons ont alors subi un trajet retour quasi-identique, i.e. respectivement -0.1 et -0.095 de déformation équivalente. Les cartographies EBSD correspondantes sont présentées Figure 4.27.

Les deux échantillons n°3 et n°6 présentent des différences significatives de la microstructure:

- L'échantillon n°6 ayant subi la pré-déformation la plus élevée (et donc aussi un trajet retour plus important) contient une fraction de macles plus importante. Contrairement à l'échantillon n°3, la majorité des grains présentent des faisceaux de macles relativement denses. Le même constat a été fait pour des échantillons ayant subis le même niveau de déformation cumulée (essais n°1 et 3, 0.27 de déformation cumulée équivalente, non détaillés ici). L'échantillon n°3 a subi une pré-déformation plus importante, mais est moins déformé au trajet retour et présente une fraction de macles plus importante.

- Les zones de très forte déformation sont plus nombreuses et plus étendues pour l'essai n°6. Les désorientations intragranulaires y sont plus importantes (voir le diagramme de distribution des désorientations Figure 4.27).

Ainsi, la pré-déformation semble accélérer la cinétique de maclage et la localisation de la déformation lors du trajet retour. Nous avons montré dans la partie 2.3 de ce chapitre que l'augmentation la pré-déformation conduit à une augmentation des contraintes internes, et en particulier de la contrainte retour (back stress). La présence de cette contrainte facilite en effet l'activation des mécanismes de déformation lors du second trajet de déformation. De plus, l'augmentation de l'activité de maclage est également favorisée par l'effet de texture. Lors de la pré-déformation, les densités d'orientations proches des composantes A_1*, A_2* et C se renforcent (Figure 4.3) (les grains de la composantes A_1* sont favorables au maclage alors que ceux proches de A_2* et C le sont pour le glissement pendant le trajet aller). Lors du trajet retour, les orientations de la composante A_2* deviennent favorables au maclage et celles de A_1* deviennent favorables au glissement (Figure 4.26 et

table 4.7). Ainsi la pré-déformation augmente la fraction volumique de grains d'orientations proches de la composante A_2* et par conséquent accroit les possibilités de maclage dès le début du trajet retour.

On rappelle que ces grains d'orientations proches de la composante A_2* sont souvent pas ou peu maclés suite au trajet aller. Ils sont susceptibles de former facilement des macles dès le début du trajet retour, mécanisme favorisé également par l'effet de la contrainte de retour. Cette activité de maclage peut donc être liée à l'apparition d'un stade d'écrouissage de type B lors du trajet retour (Figure 4.17). Cet effet, en augmentant le potentiel de maclage du polycristal au trajet retour, permet également le maintient de l'écrouissage à un niveau élevé (mais qui est plus faible que le niveau d'écrouissage lors du trajet aller).

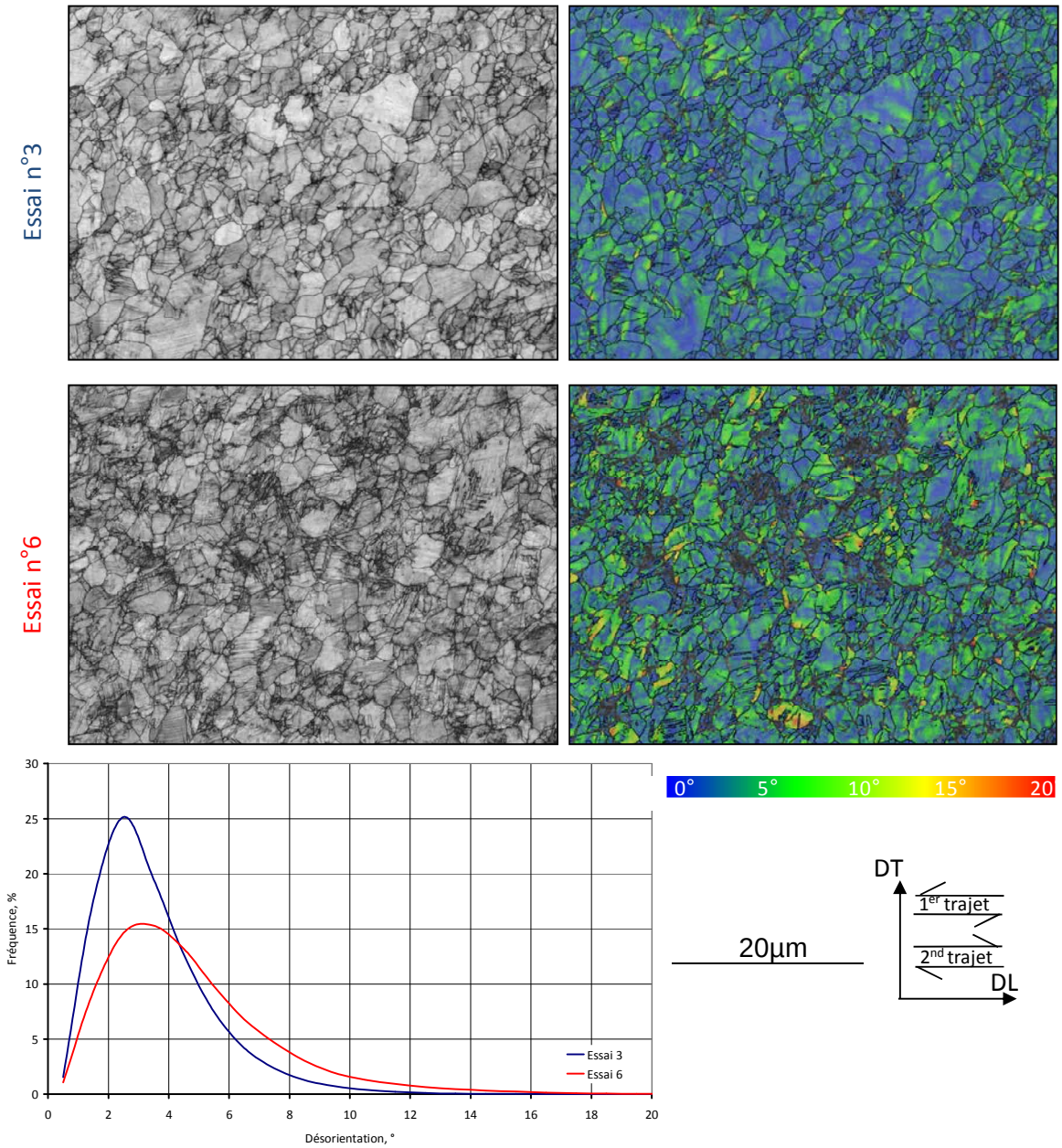


Figure 4.27 Cartographies EBSD (contraste de bande et désorientations intragranulaires) des essais de cisaillement réversible n° 3 et 6, et diagramme de distribution des désorientations associées. Niveaux de déformation respectifs : +0.107/-0.10 ; +0.21/-0.095 (respectivement, indexation=82%, 74%).

3. Changements de trajet

L'objectif de cette dernière partie est de présenter les premiers résultats obtenus concernant le comportement mécanique de l'alliage Fe-22Mn-O.6C lors de différents changements de trajets (réversibles ou non). La caractérisation du comportement mécanique est complétée par la caractérisation des microstructures et des textures associées. Le but n'est pas d'analyser en détail les évolutions microstructurales à partir d'essais interrompus mais de se limiter à l'analyse des états finaux de déformation.

3.1. Les différentes séquences de chargement mises en œuvre

La description des changements de trajet se fait grâce au paramètre α, introduit dans le chapitre 2, que nous rappelons ici. Ce paramètre scalaire permet de décrire l'amplitude du changement de trajet [SCH94] :

$$\alpha = \frac{\varepsilon_p : \varepsilon}{\sqrt{\varepsilon_p : \varepsilon_p}\sqrt{\varepsilon : \varepsilon}} \qquad 4.2$$

ε_p et ε définissent respectivement les tenseurs de déformation du premier et du second trajet.

Trois types de séquences de chargement ont été réalisés pour étudier le comportement du matériau lors de changements de trajets de déformation. Différents niveaux de déformation ont été appliqués lors du premier trajet. Le second trajet a toujours été conduit jusqu'à rupture des éprouvettes. Les détails concernant la réalisation de ces essais sont présentés dans le chapitre 2. Nous avons choisi les différentes séquences suivantes:

- **Traction large DT / traction uni-axiale DL.** Cette séquence est caractérisée par α=-0.5. Les pré-déformations appliquées en traction large DT sont de 0.05 et 0.08 en déformation équivalente.

- **Expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL**. Pour cette séquence le paramètre α a la valeur 0.5. Les pré-déformations appliquées en expansion équibiaxée sont de 0.09 et 0.17 en déformation équivalente.

- **Traction plane DT / cisaillement monotone DL**. Ici le paramètre α est nul Les pré-déformations appliquées en traction plane DT sont de 0.15 en déformation équivalente.

Selon le type de trajet de déformation, le travail nécessaire à la déformation du matériau n'est pas identique. Pour quantifier la 'dureté' du trajet de déformation, on utilise généralement le facteur de Taylor. En effet, le facteur de Taylor macroscopique moyen $\overline{M}(q)$ est calculé pour un minimum du travail de déformation dA lors d'un trajet de déformation donné:

$$dA = \tau_0 . d\eta \overline{M}(q) = Min \quad 4.3$$

$$\overline{M}(q) = \int M(q,g).f(g)dg \quad 4.4$$

où τ_0 est la cission critique initiale du glissement et dη la valeur absolue de la déformation, M(q,g) le facteur de Taylor d'un grain d'orientation g et f(g) la fonction de distribution des orientations. Le paramètre q correspond au rapport de contraction entre les composantes principales du tenseur de déformation.

Ce facteur est calculé par le programme LSTAYLOR [TÓT93]. Le glissement de dislocations et le maclage mécanique sont pris en compte. Les rapports de cissions critiques pour le glissement et le maclage ont été déduits des résultats obtenus dans le chapitre 5 - Simulation des évolutions microstructurales de l'acier Fe-Mn-C à effet TWIP lors de différentes sollicitations à l'aide d'un modèle micromécanique.

Dans un premier temps, nous avons hiérarchisé les différents trajets en termes de travail à fournir pour assurer la déformation. Ainsi nous avons calculé l'évolution du facteur de Taylor de chaque type de trajet (traction, traction plane, cisaillement, expansion équibiaxée). La texture initiale utilisée fut la même pour chaque trajet. Il s'agissait de la texture initiale de la tôle étudiée (Figure 3.4a - chapitre 3). Les résultats sont données Figure 4.28. L'essai de traction uni-axiale conduit au facteur de Taylor le plus élevé par rapport aux autres modes de déformation (traction plane, cisaillement et expansion équibiaxée), et donc à un travail nécessaire à la déformation supérieur.

Les courbes de comportement lors du second trajet de déformation sont présentées Figure 4.29. Le calcul des contraintes et déformations équivalentes utilise le critère anisotrope de Hill48, qui traduit un travail plastique équivalent. Les courbes lors du premier trajet n'ont pas été enregistrées. Cependant, les courbes des trajets monotones (traction uni-axiale DL et cisaillement DL analysés en détail précédemment) sont rappelés. Elles constituent les courbes de référence pour comparer l'influence du premier trajet sur le comportement en traction ou en cisaillement.

Le comportement du matériau et les évolutions de microstructure et de texture associées sont décrites pour chaque changement de trajet dans les parties suivantes. Tous les échantillons à disposition (soit après pré- déformation ou rupture au second trajet) ont été analysés par DRX et MEB EBSD. Les cartographies d'orientations en EBSD ont été acquises avec un pas déplacement de 70nm. Les évolutions de microstructures sont illustrées par une cartographie en contraste de bandes et une cartographie d'orientations suivant le code de couleur du triangle standard. La texture est représentée par une ou des sections caractéristiques de la FDO. Les orientations sont toujours décrites dans le repère (DL, DT, DN). L'évolution du facteur de Taylor au cours du changement de trajet est

également décrite. On s'assure que les textures simulées au cours du trajet reproduisent les tendances principales des textures expérimentales. On quantifie ainsi la contribution de la texture qui se développe au premier trajet sur l'évolution du comportement mécanique lors du second.

Par contre, la méthode d'estimation de la fraction de macles proposée au chapitre 3 n'a pas été appliquée ici. Le nombre de données EBSD acquises n'est en effet pas suffisant pour obtenir une estimation fiable.

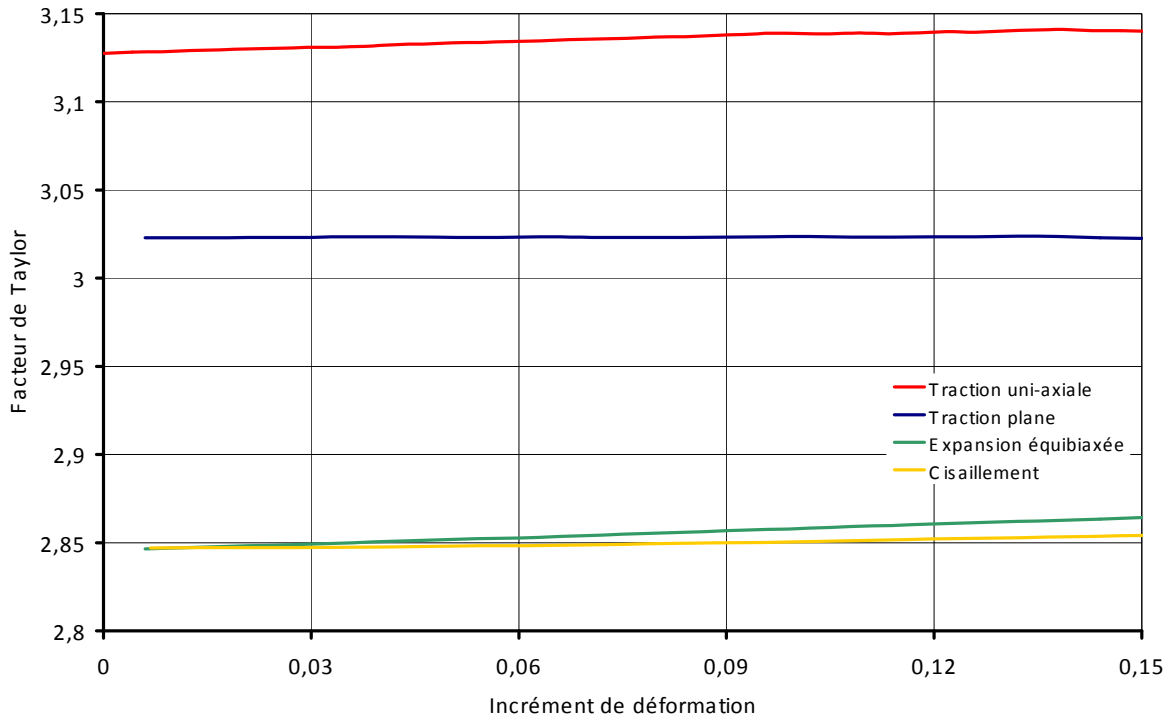


Figure 4.28 Evolution du facteur de Taylor moyen macroscopique $\overline{M}$ pour différents types de déformation.

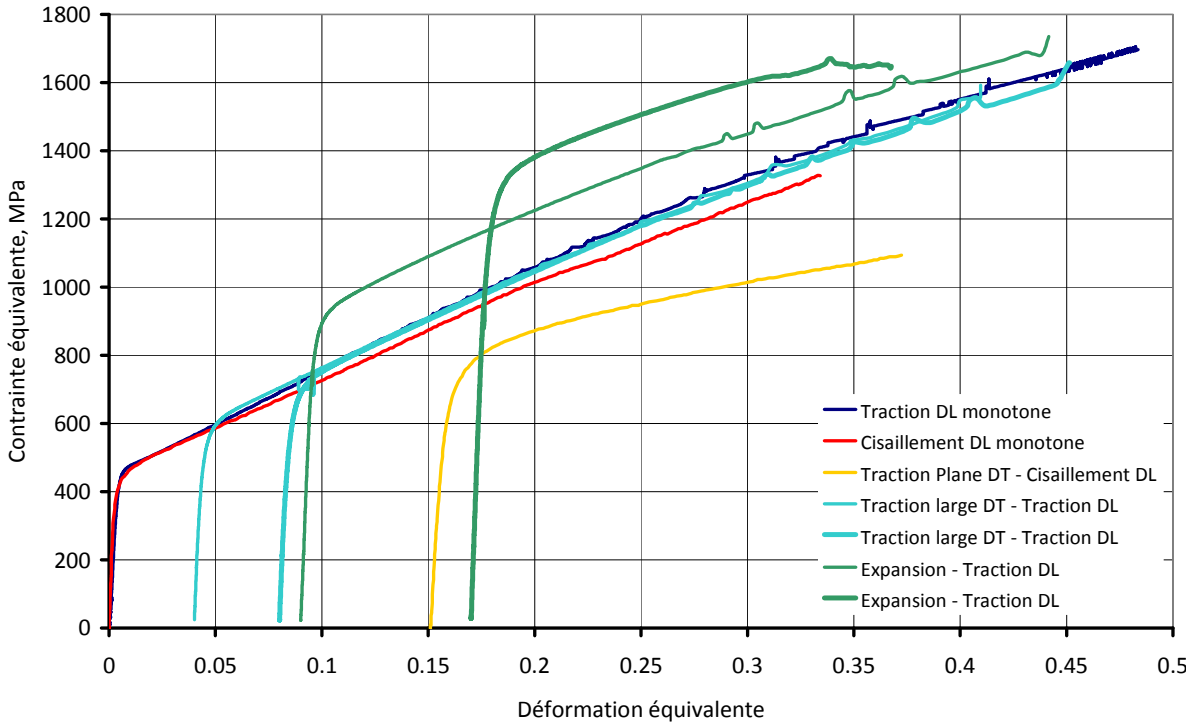


Figure 4.29 Comportement mécanique de l'acier Fe-22Mn-0.6 lors de différents changements de trajets.

3.2. Traction large DT / traction uni-axiale DL (α = -0.5)

Les courbes de traction DL pour les deux niveaux de pré-déformation (en traction large DT) sont données Figure 4.29. On remarque que le niveau de pré-déformation (en traction large DT) ne modifie pas le comportement en traction DL. Avec l'augmentation de la pré-déformation, on observe uniquement une augmentation de la limite élastique semblable à celle qui serait observée sans changement de trajet à 90°.

Les textures résultant de la pré-déformation en traction large DT (ε_{equ}=0.05 et ε_{equ}=0.08) et du trajet subséquent en traction uni-axiale DL (ε_{equ}=0.41 et ε_{equ}=0.45) sont présentées Figure 4.30 par la section de la FDO à φ_2=45°. La texture en traction uni-axiale DL après 0.4 de déformation équivalente, sans pré-déformation, est également rappelée. Les textures finales obtenues pour cette séquence de changement de trajets sont très proches d'une texture de traction uni-axiale. Les mêmes orientations principales de déformation (laiton tournée, Goss, cuivre et cube) sont développées dans des proportions proches d'un essai à l'autre. En fait, le niveau de pré-déformation en traction large DT est très faible. Par conséquent, la texture après pré-déformation reste très peu marquée et ne modifie pas notablement la texture finale.

Les microstructures en fin de déformation présentent également les mêmes caractéristiques que celles observées en traction uni-axiale DL. Sur la Figure 4.31, on observe une microstructure de maclage bien développée dans les grains orientés dans la fibre

majoritaire <111>//TU, qui ont activé un ou deux systèmes suivant des configurations similaires à celles observées lors d'une sollicitation unique en traction uni-axiale (voir chapitre 3). Une faible proportion de grains orientés suivant la fibre <100>//TU sont déformés uniquement par glissement des dislocations. La formation de sous-joints de fortes désorientations est également observée. La microtexture générée par la pré-déformation en traction large DT n'a pas été caractérisée. Cependant, nous avions mis en évidence au chapitre 3 qu'une traction à ces faibles niveaux de pré-déformation conduit à l'activation des premières macles (souvent non détectables en EBSD). Cette microstructure après pré-déformation ne semble pas avoir une influence marquante sur la microstructure finale après le second trajet de chargement (dans la limite de résolution des techniques de caractérisation utilisées).

Lors du changement d'axe de sollicitation (DT/DL), le facteur de Taylor n'augmente que très légèrement (Figure 4.32). Ainsi, aucune variation importante du travail plastique n'est nécessaire pour poursuivre la déformation du polycristal dans une direction de traction à 90°. L'ensemble de ces observations témoigne donc que la pré-déformation en traction large suivant DT n'a pas beaucoup d'influence sur le comportement en traction DL. Nous avions déjà observé dans le chapitre 3 que les variations du comportement mécanique entre les essais de traction uni-axiale DL et DT était très faible.

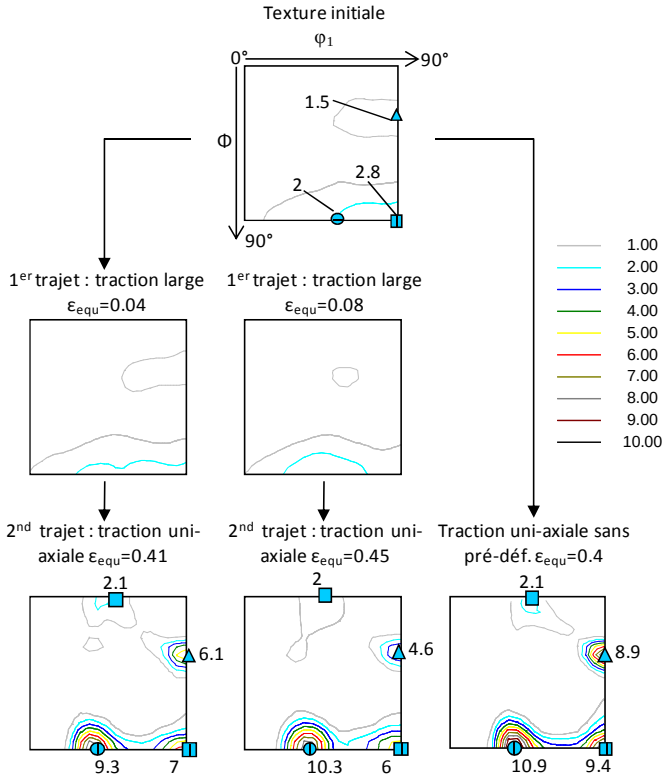


Figure 4.30 Textures de déformation obtenues dans les séquences de changement de trajets traction large DT / traction uni-axiale DL.

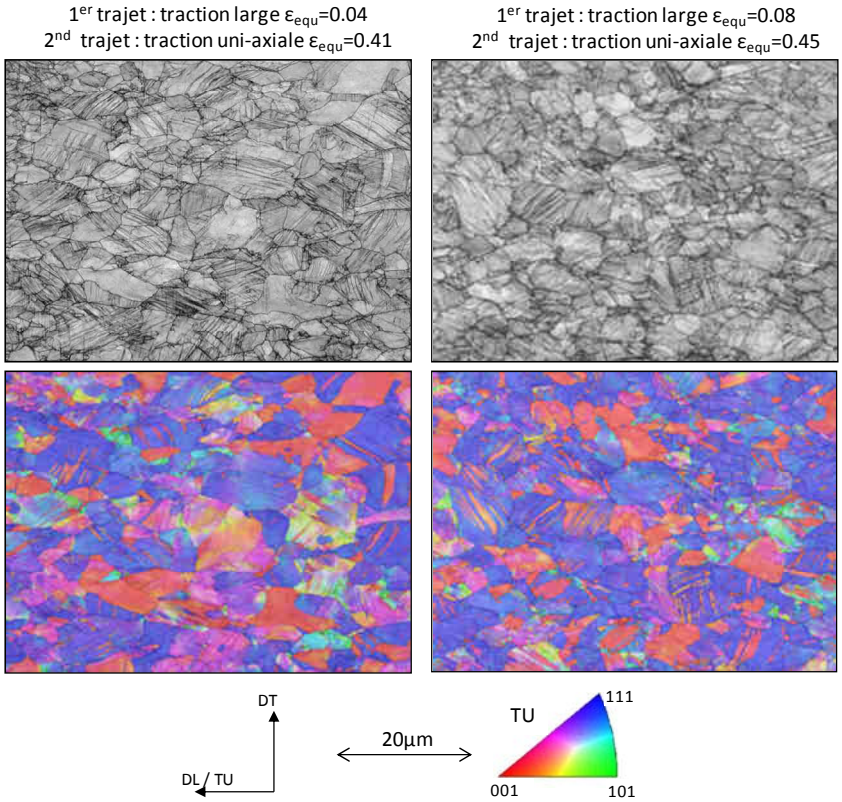


Figure 4.31 Microstructures de déformation obtenues dans les séquences de changement de trajets traction large DT / traction uni-axiale DL (respectivement, indexation=83%, 75%).

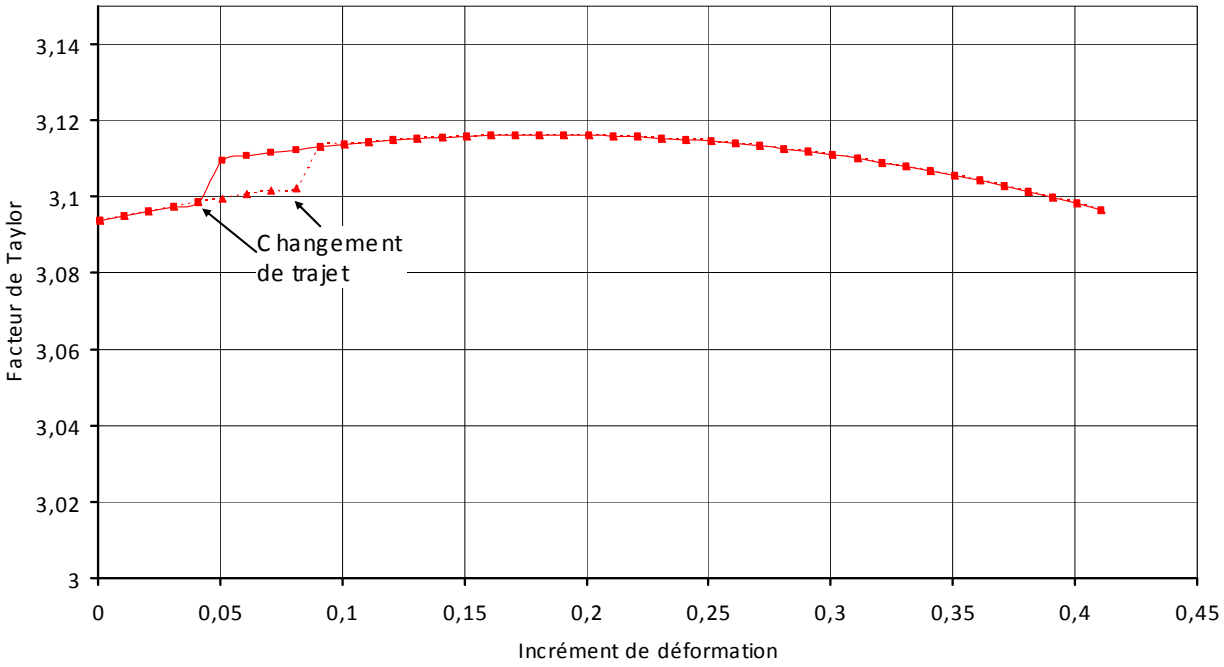


Figure 4.32 Evolution du facteur de Taylor moyen macroscopique $\overline{M}$ pour le changement de trajet traction large DT / traction uni-axiale DL.

3.3. Expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL (α = +0.5)

La Figure 4.29 donne les courbes de traction DL faisant suite aux deux niveaux de pré-déformation en expansion équibiaxée. On remarque que le niveau de pré-déformation augmente la limite élastique en traction d'une valeur supérieure à celle correspondant au trajet monotone. Par ailleurs, avec l'augmentation de la pré-déformation, on diminue l'écrouissage et la déformation à rupture.

Les évolutions de textures et de microstructures au cours de la séquence de déformation expansion équibiaxée/traction uni-axiale DL sont présentées respectivement Figures 4.33 et 4.34.

La pré-déformation en expansion équibiaxée conduit à la formation d'une fibre α ({110}<-110>-{110}<-111>-{110}<001>) dont l'intensité augmente avec le niveau de pré-déformation. Le second trajet va à nouveau favoriser les composantes stables de la traction uni-axiale DL (dont les composantes Goss et Laiton tournée qui font partie de la fibre α). Les intensités relatives de ces composantes (obtenues à l'issue du second trajet) dépendent du niveau de pré-déformation et du niveau de déformation au second trajet. Ainsi, les traces de la fibre α dans la texture finale sont d'autant plus importantes que le niveau de pré-déformation est important et le niveau de déformation au second trajet faible.

La présence de la fibre α ({110}<-110>-{110}<-111> {110}<001>) plus ou moins marquée en fonction des niveaux de déformation au premier et second trajet modifie légèrement la texture locale. Cependant le code de couleur du triangle standard (//TU=DL) utilisé Figure 4.34 ne permet pas de localiser efficacement les grains orientés dans cette fibre. En effet, en fonction de leur axe cristallographique <uvw>//DL, ces grains sont colorés

en rouge (composante Goss {110}<001>), en bleu (composante Laiton tournée {110}<-111>) ou vert (composante Goss tournée {110}<-110>). Ainsi sur les cartographies de la Figure 4.34, on distingue de nombreux grains orientés dans la fibre <111>//TU qui activent du maclage, ceux orientés dans la fibre <100>//TU se déformant principalement par glissement des dislocations. Lorsque la fibre α est la plus marquée, on retrouve une plus grande proportion de grains verts (axe <110>//DL) qui ont des orientations favorables au maclage (voir Figure 3.5 – chapitre 3).

Lors du changement de trajet, on observe une augmentation importante du facteur de Taylor, passant d'une valeur moyenne de 2.85 à 3.12 (Figure 4.35). Ce saut est principalement dû à la nature du changement de trajet lorsqu'on passe de l'expansion équibiaxée à la traction uni-axiale (voir Figure 4.28). La dureté du trajet augmente donc lors de cette séquence de chargement.

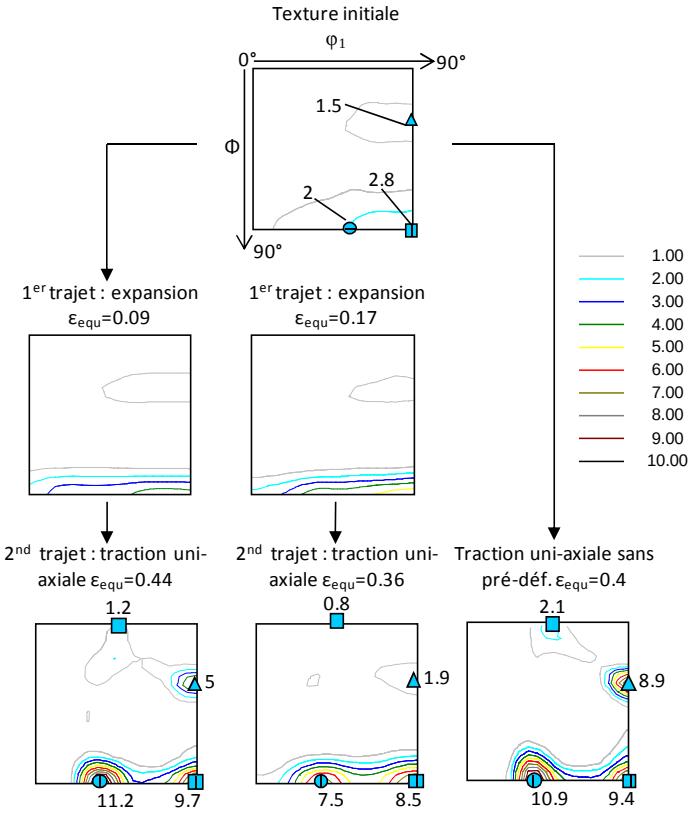


Figure 4.33 Textures de déformation obtenues dans les séquences de changement de trajets expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL.

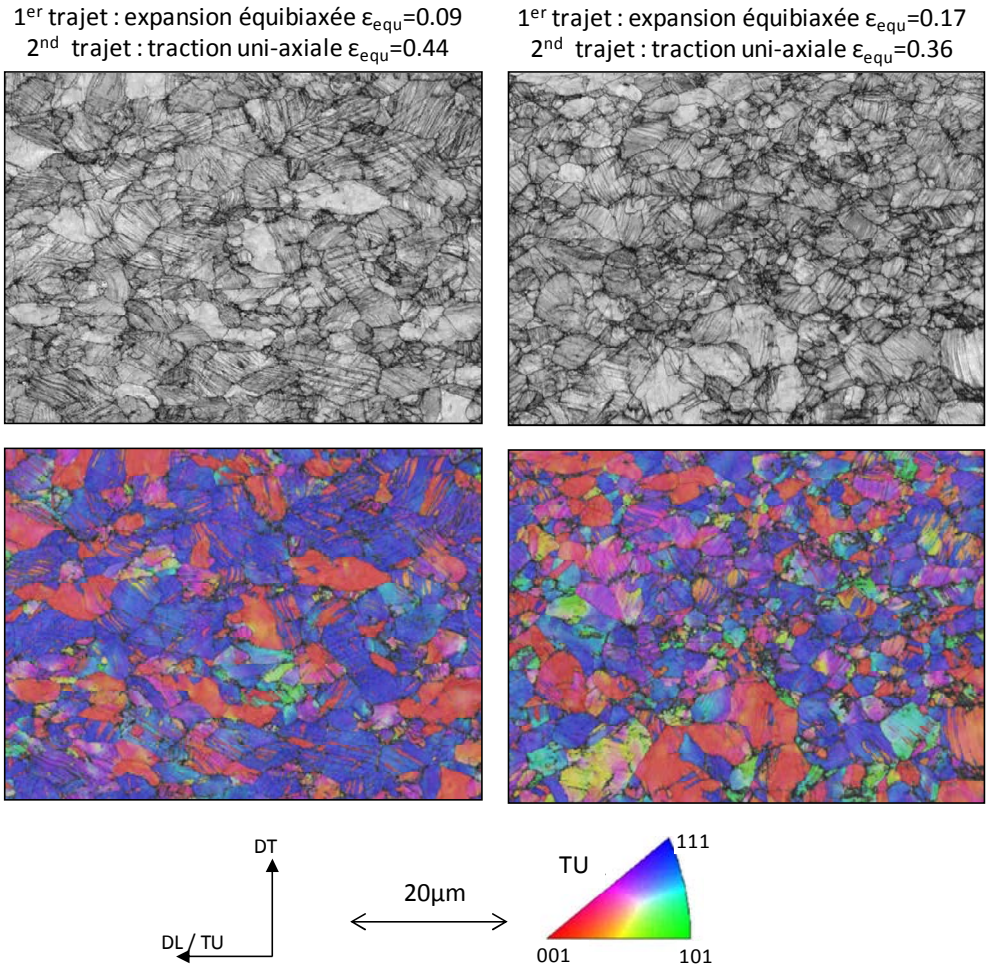


Figure 4.34 Microstructures de déformation obtenues dans les séquences de changement de trajets expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL (respectivement, indexation=85%, 73%).

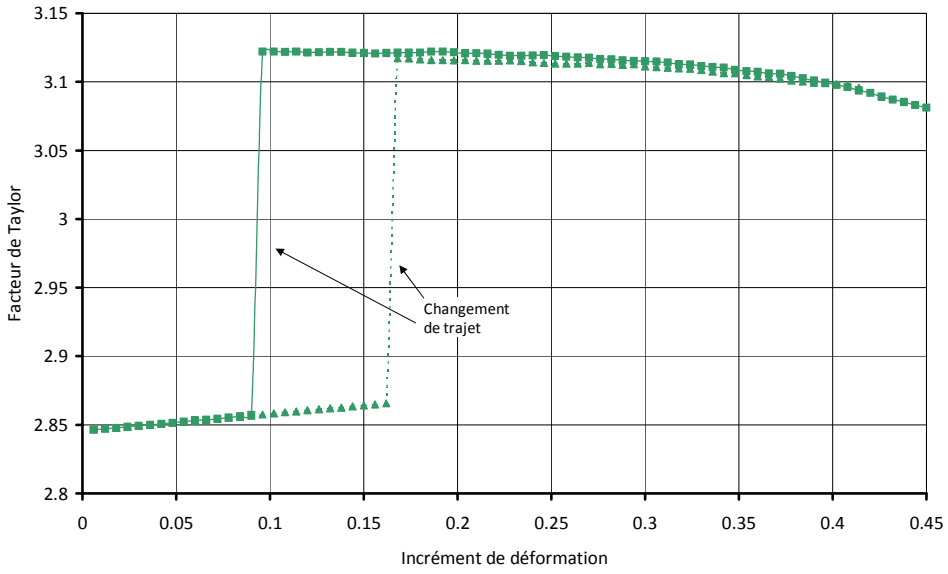


Figure 4.35 Evolution du facteur de Taylor moyen macroscopique $\overline{M}$ pour le changement de trajet expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL.

3.4. Traction plane DT / cisaillement monotone DL (α = 0)

La courbe de cisaillement DL faisant suite à la pré-déformation en traction plane DT est donnée Figure 4.29. La limite élastique au second trajet est augmentée. Le comportement mécanique est adouci, avec une baisse de la contrainte d'écoulement. De plus, la pente de la courbe est diminuée lors du second trajet par rapport au trajet monotone, traduisant une baisse de l'écrouissage.

Les textures et microstructures de pré-déformation et de déformation finale pour le changement de trajet traction plane DT / cisaillement monotone DL sont présentées respectivement Figures 4.36 et 4.37. Les orientations stables de cisaillement sont indiquées à la fois sur les sections de l'ODF correspondant à la traction plane (1^{er} trajet) et au cisaillement (2^{nd} trajet). On rappelle que le cisaillement monotone suivant DL favorise le développement progressif des composantes A_1* et A_2* (fibre A : {111}<uvw>) et de façon plus minoritaire vers la composante C (fibre B - {hkl}<110>). La densité d'orientations proche de A_2* est stabilisée très rapidement sur la position de l'orientation A_2* (ε_{eq}=0.06) puis se renforce jusqu'en fin de déformation. La densité d'orientations proche de A_1* tend progressivement à atteindre la position de l'orientation stricte A_1*.

Les densités d'orientations mises en place au cours de la pré-déformation sont assez proches des orientations A_1* et A_2* qui seront favorisées par le cisaillement suivant DL. L'évolution de texture lors du second trajet de déformation en cisaillement monotone se fait donc avec une certaine continuité.

La figure 4.37 montre que la traction plane (ε_{eq}=0.15) conduit à l'activation d'un système de maclage dans un nombre relativement important de grains (estimés à 40%). Après le cisaillement additionnel suivant DL, presque tout l'ensemble des grains de la Figure 4.37 présente des macles mécaniques. De la même manière que lors du cisaillement monotone, seul un système de maclage est majoritairement actif. La microstructure résultant du changement de trajet présente une fraction de macles plus importante que pour la déformation monotone à niveau de déformation égal (voir Figure 4.10 le trajet monotone à 0.34 de déformation équivalente).

Pour cette séquence de déformation, le facteur de Taylor chute de 3.02 à 2.81 après le changement de trajet (Figure 4.38). Dans cette séquence de déformation, la dureté mécanique diminue donc en passant du trajet de pré-déformation au trajet suivant. Un effet additionnel pouvant contribuer également à l'adoucissement du comportement mécanique est lié à la texture mise en place au cours de la traction plane, qui est très favorable pour le développement de la texture de cisaillement. Des densités d'orientations importantes sont en effet proches des composantes principales A_1* et A_2*, qui vont être favorisées lors du cisaillement (Figure 4.36).

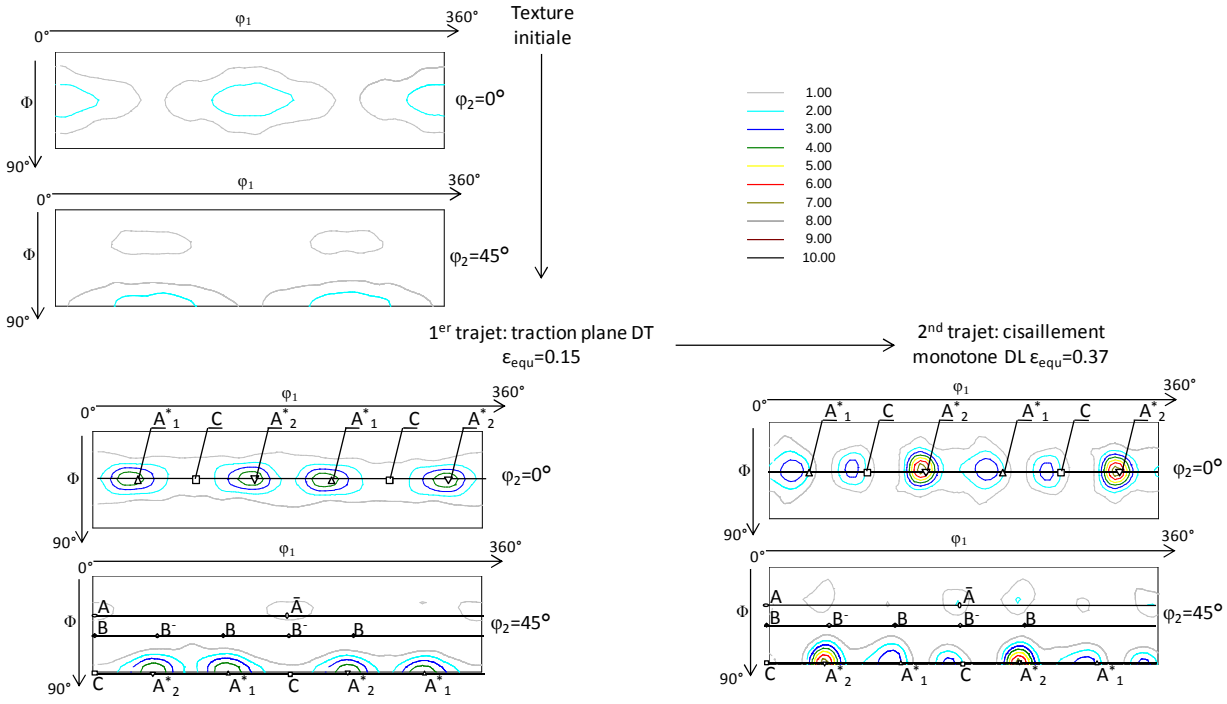


Figure 4.36 Textures de déformation obtenues dans les séquences de changement de trajets traction plane DT / cisaillement monotone DL.

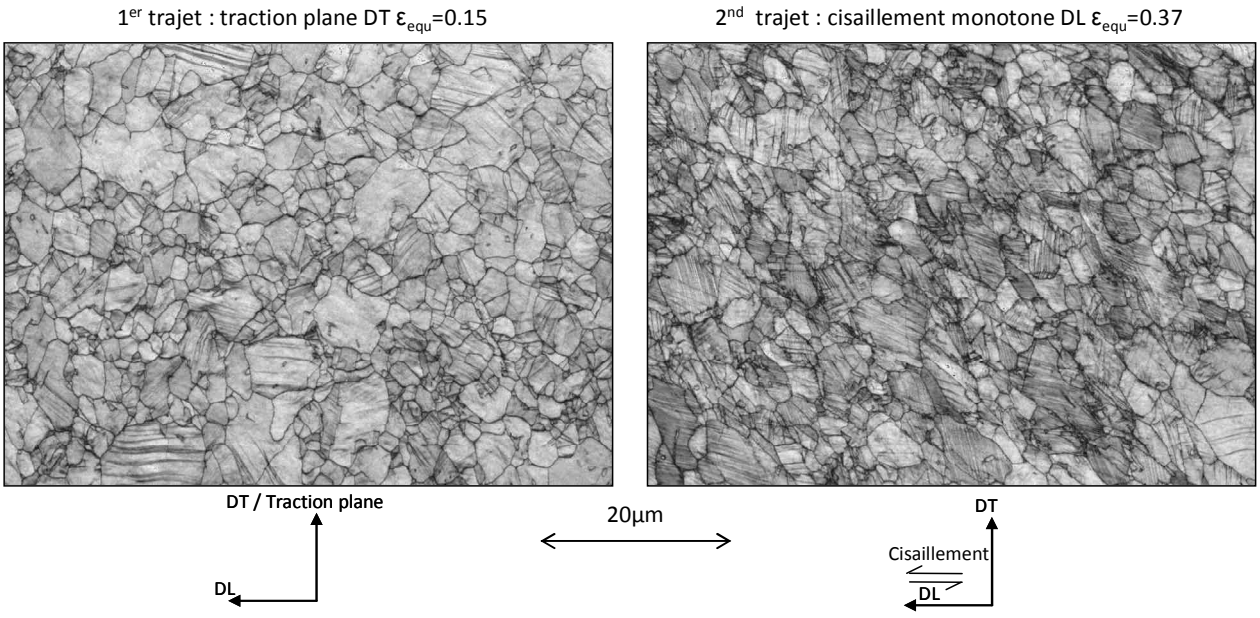


Figure 4.37 Microstructures de déformation obtenues dans les séquences de changement de trajets traction plane DT / cisaillement monotone DL (respectivement, indexation=71%, 66%).

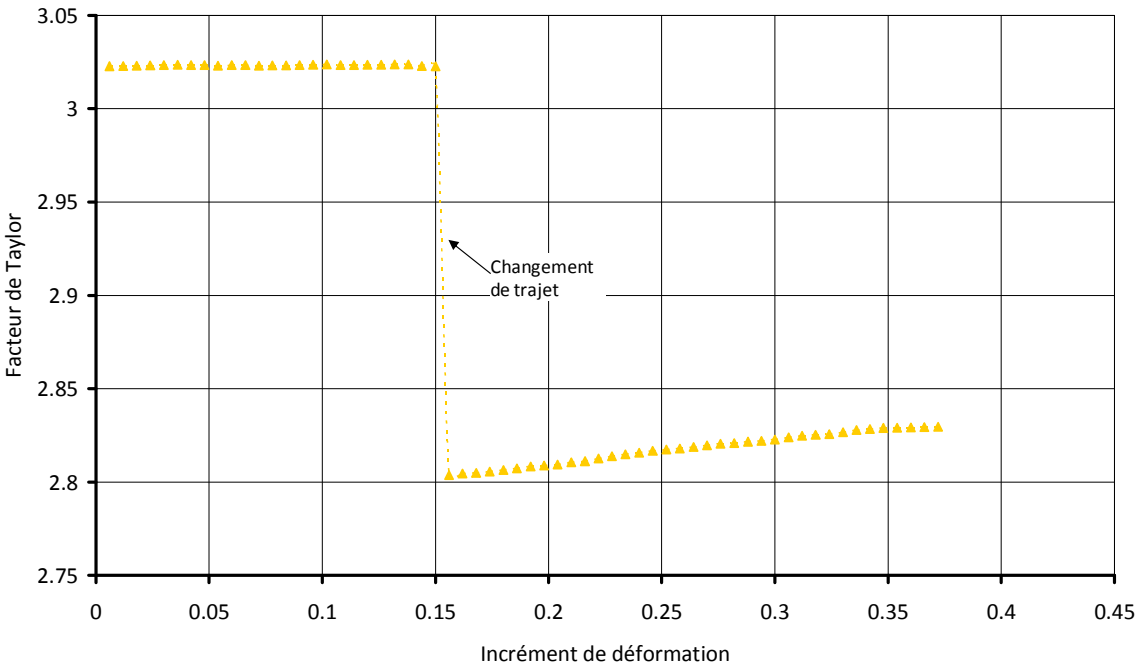


Figure 4.38 Evolution du facteur de Taylor moyen macroscopique $\overline{M}$ pour le changement de trajet traction plane DT / cisaillement monotone DL.

3.5. Influence de la pré-déformation sur le comportement en traction et en cisaillement

La Figure 4.29 présente les courbes de comportement en traction DL (bleu clair et vert) et en cisaillement DL (jaune) faisant suite à différents types de pré-déformation (traction plane DT, expansion équibiaxée, traction plane DT). Les courbes 'contrainte-déformation' sont données en contraintes et déformations équivalentes suivant le critère de Hill48. Les courbes des trajets monotones (traction uni-axiale DL et cisaillement DL analysées en détail dans le chapitre 3 et au début du chapitre 4) sont rappelées. Elles sont choisies comme courbes de référence. La comparaison des différentes courbes avec ces dernières permet d'estimer l'influence de la pré-déformation sur le comportement en traction ou en cisaillement lors du second trajet.

Pour un niveau de pré-déformation donné, on calcule également le rapport des contraintes d'écoulement $R_\sigma = \frac{\sigma_{recharge}}{\sigma_{référence}}$ (la méthode de détermination de ces contraintes est donnée chapitre 2). Ce rapport de contraintes permet de comparer la réponse mécanique lors de la recharge à la réponse lors du trajet monotone de référence. L'évolution du rapport de contraintes R_σ en fonction de α est donnée Figure 4.39.

La réponse mécanique du matériau varie fortement suivant le type de changement de trajet. Trois cas de figure peuvent être distingués, suivant la valeur de R_σ.

- $R_\sigma < 1$: la contrainte d'écoulement lors du second trajet de déformation est inférieure à la contrainte de référence. Le comportement du matériau est donc

adouci. Cet effet apparaît pour α = -1 (essai Bauschinger, analysé §2.2 de ce chapitre) et pour α = 0 (changement de trajet dur - traction plane DT / cisaillement DL).

- $R_\sigma \approx 1$: la contrainte d'écoulement lors du second trajet est égale à celle de référence. Les deux courbes se superposent. Ce comportement est observé pour α = -0.5 (changement de sollicitation à 90° - traction large DT / traction uni-axiale DL).

- $R_\sigma > 1$: la contrainte d'écoulement lors du second trajet est supérieure à celle de référence. On observe un durcissement du comportement du matériau lors du second trajet. Ce comportement est observé pour α = +0.5 (expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL).

Comme nous l'avons montré dans le chapitre 2, le comportement du matériau montre généralement un durcissement (R_σ>1) dans les cas α = -0.5 et 0. Il est d'autant plus élevé que le paramètre α est proche de 0 [BAC95][SCH94]. Ce durcissement est attribué à la microstructure de dislocations mise en place lors de la pré-déformation. Plus particulièrement, l'augmentation de la contrainte d'écoulement lors du second trajet résulte de l'interaction entre les dislocations activées sur de nouveaux systèmes (systèmes latents lors du premier chargement dans le cas α=0) avec les obstacles représentés par les parois de dislocations. Or, dans le cas de l'acier Fe-22Mn-0.6C, la courbe à la recharge se superpose (α = -0.5, R=0.95) ou est adoucie (α = 0) par rapport à l'essai monotone. Le matériau ne forme en effet pas de cellules de dislocations. Néanmoins, nous aurions pu nous attendre à ce que le rôle d'obstacles lors du second trajet de déformation soit joué par les macles mises en place dans la microstructure lors du premier trajet de déformation.

Dans le cas ou α = -1, le comportement du matériau est adouci (effet Bauschinger). Nous avons mis en évidence précédemment que l'effet Bauschinger est lié à la relaxation d'une contrainte de 'back-stress' lors du second trajet de déformation, résultant de l'interaction entre les dislocations et les macles mécaniques. A l'inverse, dans le cas α = +0.5, le comportement du matériau est durci.

Afin de pouvoir analyser le rôle des différents effets (nature du trajet, microstructure de maclage, texture) sur l'adoucissement ou le durcissement du comportement mécanique lors de changements de trajets, des études plus poussées seraient nécessaires, notamment sur l'interaction des mécanismes de déformation actifs lors du second trajet de déformation. Ces études devraient exploiter de manière fine les données EBSD obtenues sur des états de déformation intermédiaires et devraient également étudier, à l'échelle microscopique par MET, les interactions du glissement et du maclage.

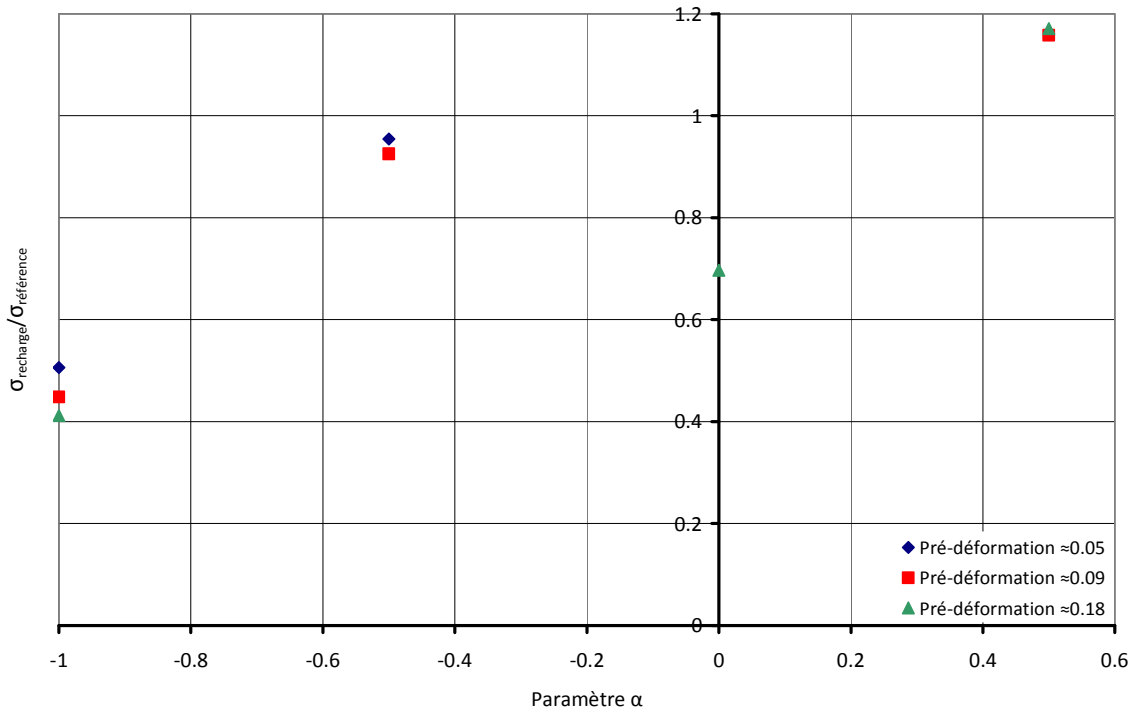


Figure 4.39 Evolution du rapport de contraintes $\sigma_{recharge}$ / $\sigma_{référence}$ en fonction du paramètre α.

4. Conclusion

Dans ce chapitre, nous avons étudié la réponse mécanique de l'acier Fe-22Mn-0.6C en relation avec les évolutions de microstructure et de texture :

(1) Pour une déformation par cisaillement, en complément de la déformation par traction.

(2) Pour différents changements de trajet, en particulier le cisaillement réversible.

(1) Ainsi nous avons montré que le cisaillement renforce progressivement les composantes A_1* et A_2* (fibre A - orientations de type {111}<uvw>) et de façon plus minoritaire la composante C (fibre B - {hkl}<110>). Les analyses EBSD ont montré que jusqu'à 0.34 de déformation équivalente en cisaillement, un seul système de maclage est majoritairement actif dans les grains. Par ailleurs, les grains d'orientations proches de A_1* présentent la plus forte densité de macles. Ce résultat est cohérent avec l'analyse des facteurs d'orientation. En effet le calcul de ces facteurs sur l'ensemble de l'espace des orientations montrent qu'en cisaillement, la composante A_1* possède un facteur d'orientation proche de 0.5 uniquement pour un seul système de maclage. Il semble donc qu'en cisaillement, le développement d'orientations proches de la composante A_1* favorise progressivement l'activation du maclage avec la mise en place d'un système majoritaire dans les grains.

En fonction du type de trajet monotone (traction ou cisaillement), les microstructures de maclage diffèrent fortement. Nous avions en effet montré au chapitre 3 que deux systèmes de maclage se développaient dans les grains après une déformation équivalente de 0.2. Ces différences sont directement liées à la texture de déformation générée par chaque mode de déformation et ses conséquences sur la sélection des systèmes de maclage et de glissement actifs. Par ailleurs en début de déformation, le maclage semble également moins actif en cisaillement comparativement à la traction. Néanmoins, cet effet tend à s'inverser avec l'augmentation de la déformation grâce à un effet de texture. Nous confirmons donc la forte influence de la texture de déformation sur la mise en place de la microstructure de maclage.

Concernant le comportement mécanique, le coefficient d'écrouissage normalisé lors du cisaillement est maintenu comme en traction à un niveau très élevé ($>0.04G_0$). Il évolue toujours suivant différents stades, correspondant à une succession d'augmentation et de diminution. La transition d'un stade à un autre a pu être reliée aux évolutions de la microstructure de maclage. Le développement des premières macles très tôt dans la déformation permet de stopper la chute d'écrouissage puis de conduire à son augmentation (stade B). Les oscillations observées pour la suite de la déformation peuvent être reliées à des variations de la cinétique de maclage, elles-mêmes influencées par l'évolution de texture.

Le type de trajet de déformation monotone (traction et cisaillement) conduit donc à des différences notables aux niveaux des évolutions microstructurales (fraction de macles, configuration des macles). Cependant, dans les deux cas, le maclage contribue efficacement au maintien de l'écrouissage à un niveau très élevé.

(2) Dans une deuxième partie, nous avons caractérisé le comportement en traction et en cisaillement de l'acier Fe-22Mn-0.6C suite à différents types de pré-déformation :

- Traction large DT / traction uni-axiale DL : changement de trajet orthogonal.
- Expansion équibiaxée / traction uni-axiale DL : trajet de déformation dur.
- Traction plane DT / cisaillement monotone DL : trajet de déformation dur.
- Cisaillement DL / cisaillement monotone DL : changement de trajet de type Bauschinger.

De fortes variations du comportement mécanique de l'acier Fe-22Mn-0.6-C ont été observées suivant le type de changement de trajet. En effet, en fonction de la pré-déformation imposée, le comportement en traction DL ou cisaillement DL peut être soit identique, adouci ou durci par rapport à un matériau non pré-déformé. Ces données sont essentielles pour optimiser la mise en forme de ces aciers. En particulier, la connaissance précise de la nature de l'écrouissage du matériau est indispensable pour la prévision du comportement d'une pièce par les codes de calculs utilisés en mise en forme.

L'interprétation de ces différences de comportement passe par des études plus fondamentales sur les mécanismes de déformation actifs lors de la pré-déformation et leur influence sur la genèse des contraintes internes. Ces contraintes s'ajoutent au cours du second trajet à la contrainte macroscopique et modifie fortement le comportement de l'acier.

Nous avons en particulier approfondi le changement de trajet réversible (trajet de type Bauschinger). Les essais de cisaillement réversible ont ainsi mis en évidence un effet Bauschinger très important. Il se traduit par une importante diminution de la limite d'écoulement plastique. De plus l'effet Bauschinger ne présente pas de signe de saturation avec l'augmentation de la pré-déformation. L'exploitation des courbes de cisaillement monotone / cisaillement réversible nous a permis de montrer qu'au trajet aller l'écrouissage est avant tout d'origine cinématique, avec une contribution moindre de la composante isotrope. Ce phénomène est attribué à l'activation conjointe du glissement des dislocations et du maclage dont les interactions contribuent fortement à la création d'une contrainte de 'back-stress' à l'origine de l'effet Bauschinger.

La pré-déformation par cisaillement diminue également l'écrouissage au trajet retour par rapport au trajet aller. Néanmoins, le niveau d'écrouissage au trajet retour reste maintenu à un niveau élevé grâce à l'activité de maclage qui se poursuit. De la même manière que lors du trajet monotone, un seul système de maclage est majoritairement actif dans l'ensemble des grains au trajet retour.

5. Références bibliographiques

[BAC95] BACROIX B., HU Z., Texture evolution induced by strain path changes in low carbon steel sheets, Metallurgical and materials transactions A, 26, p.601-613 (1995)

[BEY07] Beyerlein I. J., Tóth L.S., Tomé C.N., Suwas S., Role of twinning on texture evolution of silver during equal channel angular extrusion, Philosophical Magazine, 87-6, p.885-906 (2007)

[LEM92] Lemaitre J., Chaboche J.L., Mécanique des matériaux solides, Dunod (1992)

[MON84] Montheillet F., Cohen M., JONAS J.J., Axial stresses and texture development during the torsion of Al, Cu and Alpha-Fe, Acta Metallurgica, 32-11, p.2077-2089 (1984)

[ORO59] Orowan E., Causes and effects of internal stresses. In: Rassweiler, G.M., Grube, W.L. (Eds.), Internal stresses and fatigue of metals, Elsevier, Amsterdam, pp. 59–80 (1959)

[PRO07] Proust G., Tomé C.N., Kaschner G., Modeling texture, twinning and hardening evolution during deformation of hexagonal materials, Acta Materialia, 55-6, p.2137-2148 (2007)

[SCH94] Schmitt J.H., Shen E.L., Raphanel J.L., A parameter for measuring the magnitude of a change of strain path: validation and comparaison with experiments on low carbon steel, International Journal of Plasticity, 10-5, p.535-551 (1994)

[STO87] Stout M.G., Kallend J.S., Kocks U.F., Przystupa M.A., Rollett A.D., Material dependence of deformation texture development in various deformation modes, Proceeding of ICOTOM 8, p.479-484 (1987)

[TAY38] Taylor G.I., Plastic strain in metals, Journal of the Institute of Metals, 62, p.307-324 (1938)

[TÓT89] Tóth L.S. Neale K.W., Jonas J.J., Stress response and persistence characteristic of the ideal orientations of shear textures, Acta Metallurgica., 37-8, p.2197-2211 (1989)

[TÓT93] Tóth L.S., Rate sensitive Taylor software, Université de Metz (1993)

[TÓT04] Tóth L.S., Arruffat Massion R., Germain L., Baik S.C., Suwas S., Analysis of texture evolution in equal channel angular extrusion of copper using a new flow field, Acta Materialia, 52-7, p.1885-1898 (2004)

- Chapitre 5 -

Simulation des évolutions microstructurales de l'acier Fe-Mn-C à effet TWIP lors de différentes sollicitations à l'aide d'un modèle micromécanique

SOMMAIRE

INTRODUCTION 186

1. PRESENTATION GENERALE DU MODELE 187

2. MODELE ELASTO-VISCOPLASTIQUE 188

3. STRATEGIE D'IDENTIFICATION DES PARAMETRES ET DE VALIDATION DU MODELE 192

3.1 Procédure d'identification 192

3.2 Rappel des bases expérimentales 194

3.3 Validation des résultats 195

4. AJUSTEMENT DU MODELE EN TRACTION 196

4.1 Détermination des paramètres utilisés dans le modèle 196

4.2 Résultats en traction uni-axiale DL 198

5. SIMULATION DES TRAJETS MONOTONES 205

5.1 Traction uni-axiale DT 205

5.2 Cisaillement monotone DL 208

6. TRAJETS COMPLEXES DE DEFORMATION 212

6.1 Cisaillement réversible – simulation de l'effet Bauschinger 212

6.2 Changement de trajet orthogonal – traction plane / cisaillement 220

7. PERSPECTIVES ET CONCLUSIONS SUR L'APPROCHE DE MODELISATION DEVELOPPEE 222

7.1 Formulation de l'écrouissage cinématique 222

7.2 Perspectives d'évolution de la modélisation 223

8. CONCLUSION 226

9. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 227

INTRODUCTION

Nous nous proposons dans ce chapitre de tester les capacités de prédiction d'un modèle micromécanique élasto-viscoplastique intégrant l'effet TWIP formulé par Shiekhelsouk [SHI09]. Les résultats des simulations sont discutés et comparés aux données expérimentales présentés aux chapitres 3 et 4.

Les premières parties du chapitre sont consacrées à la présentation du modèle. Les équations décrivant les mécanismes de déformation à l'échelle du grain sont exposée, et la méthode de transition d'échelle permettant de simuler le comportement du polycristal est présentée. La procédure d'identification des paramètres du modèle à partir des données expérimentales est alors détaillée.

Le modèle est alors utilisé pour simuler le comportement mécanique et les évolutions microstructurales de l'acier Fe-22Mn-0.6C lors de trajets de déformation monotone. La comparaison des résultats de simulation en trajets monotones (traction DL et DT, cisaillement DL) avec les mesures expérimentales du comportement macroscopique, de l'évolution de texture et de l'activité de maclage permet d'examiner les performances prédictives du modèle.

Le modèle est ensuite utilisé pour simuler l'évolution du comportement mécanique et de la texture lors de deux changements de trajets de déformation : le cisaillement réversible et un trajet dur (traction plane / cisaillement). La plus grande attention a été portée à la bonne description du comportement mécanique, en particulier à la bonne répartition des différentes contributions à l'écrouissage total (cinématique ou isotrope). Ces derniers résultats nous permettront dès lors de conclure sur la pertinence du modèle utilisé et d'en envisager les évolutions.

1. Présentation générale du modèle

L'objectif de ce travail était de tester les capacités de prédiction d'un modèle micromécanique polycristallin adapté à l'effet TWIP, développé dans le cadre de la thèse de M.N.Shiekhelsouk [SHI07]. Les différents aspects du modèle sont présentés dans [SHI09]. Dans les simulations réalisées, les propriétés du matériau sont supposées homogènes et isotropes et sont représentées par le module de cisaillement μ et le coefficient de Poisson ν. Dans ce modèle, un volume élémentaire représentatif (VER) du polycristal est défini et est soumis à des conditions limites homogènes. Le VER comprend un ensemble de volumes cristallins (grains) appelés phases, dont les orientations sont caractérisées par des triplets d'angles d'Euler $(\varphi_1,\Phi,\varphi_2)$ et de fractions volumiques données. Chaque phase est alors assimilée à une « inclusion » (au sens d'Eshelby) sphérique au sein d'un milieu homogène équivalent. Un grain accommode la déformation imposée par deux mécanismes de déformation inélastiques : le glissement cristallographique et le maclage mécanique. Ces deux mécanismes affecte les fluctuations des champs mécaniques de grain en grain et sont introduits dans une équation comportementale tridimensionnelle monocristalline utilisant le formalisme de plasticité cristalline que nous allons détailler. Les variables internes, *i.e.* la densité de dislocations et la fraction de macles, sont définies en moyenne sur le grain.

Enfin, la transition du comportement du monocristal à celui du polycristal est réalisée en considérant deux approches différentes. La première est celle de Taylor pour laquelle les vitesses de déformations locales et macroscopiques sont égales, la seconde est l'approche auto-cohérente utilisant la technique des «champs translatés » dans le cas de matériaux hétérogènes élasto-viscoplastiques. Nous reviendrons plus en détail sur ces points dans la suite de ce chapitre. La Figure 5.1 reprend les grandes lignes du schéma de modélisation utilisé.

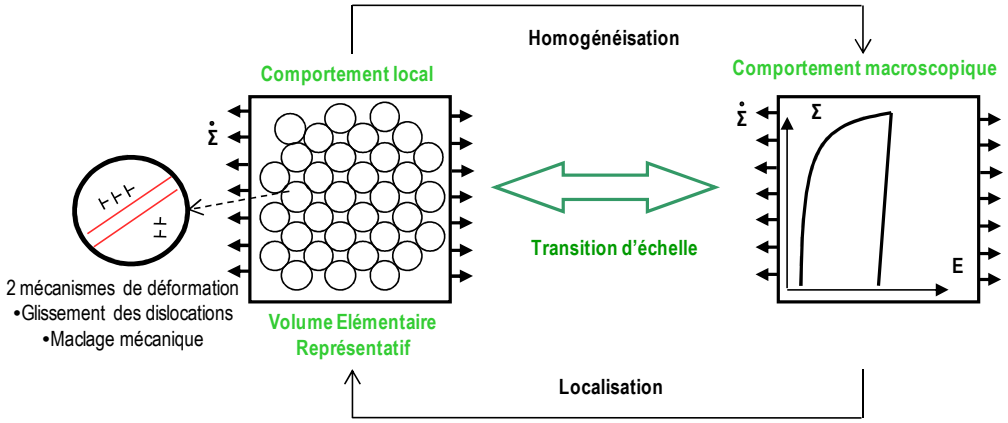


Figure 5.1 Schéma de modélisation adoptée pour la simulation du comportement mécanique et des évolutions microstructurales de l'acier Fe-Mn-C à effet TWIP.

Le modèle exposé comporte un certain nombre de paramètres expérimentaux et d'ajustement qui ont été déterminés dans le cas d'un essai de traction suivant DL, et conservés pour l'ensemble des autres simulations (traction DT, cisaillement…). L'analyse des écarts entre les résultats de simulation et les mesures nous permet ainsi d'estimer la pertinence du modèle utilisé et de la description théorique des mécanismes de déformation.

2. Modèle élasto-viscoplastique

Le modèle élasto-viscoplastique utilisé est formulé en petites déformations. Les deux mécanismes de déformation inélastique actifs, *i.e.* le glissement des dislocations et le maclage mécanique, sont reliés au tenseur de taux de déformation viscoplastique selon l'équation 5.1. Ce tenseur est obtenu à partir du calcul de la moyenne du tenseur de taux de déformation viscoplastique dans la matrice austénitique (régions non maclées) et dans les régions maclées :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{vp} = \left(1 - \sum_{h}^{N^{(h)}} f^{(h)}\right) \sum_{g}^{N^{(g)}} R_{ij}^{(g)} \dot{\gamma}^{(g)} + \sum_{h}^{N^{(h)}} R_{ij}^{(tw)(h)} \dot{f}^{(h)} \gamma^{tw} \qquad 5.1$$

$\dot{\gamma}^{(g)}$ est la vitesse de glissement du système (g), $f^{(h)}$ est la fraction volumique de macles associée au système (h), γ^{tw} est le cisaillement lié au maclage, $N^{(s)}$ et $N^{(h)}$ représentent respectivement le nombre de systèmes potentiellement actifs du glissement et du maclage. Cette approche a été utilisée par de nombreux auteurs pour décrire le maclage mécanique [KAL98a][KAL98b][ALL04a][CHE03]. La vitesse de glissement cristallographique d'un système du glissement est donnée par une loi de type Arrhenius, fortement non linéaire avec la contrainte [KOK75], décrivant la sensibilité du glissement à la température et à la vitesse de déformation. Pour une approche à systèmes multiples, la vitesse de glissement est donnée par [BER04] :

$$\dot{\gamma}^{(g)} = \dot{\gamma}_0 \left(\frac{\tau^{(g)}}{\mu}\right)^2 \exp\left(-\frac{\Delta G_0}{kT}\left(1 - \left(\frac{\left|\tau^{(g)}\right|}{\tau_r^{(g)}}\right)\right)\right) sign\left(\tau^{(g)}\right) \qquad 5.2$$

La cission critique de référence $\tau_r^{(g)}$, pour un système de glissement (g), traduit la résistance des obstacles à courte et moyenne distance à 0 K. Ces obstacles correspondent aux atomes en solution solide et aux dislocations de la forêt. Cette cission évolue avec la densité de dislocations de la forêt $\rho^{(h)}$ et est donnée pour une approche à systèmes multiples par la relation 5.3 [FRA85] :

$$\tau_r^{(g)} = \tau_{r0}^{(g)} + \alpha\mu b\sqrt{\sum_h a^{(gh)}\rho^{(h)}} \qquad 5.3$$

$\tau_{r0}^{(g)}$ représente la cission critique initiale du système g, identique pour tous les systèmes de glissement et tous les grains, α est une constante du matériau liée à l'interaction entre dislocations et $a^{(gh)}$ est la matrice d'interaction glissement-glissement inspirée du travail de Franciosi [FRA85].

La densité totale de dislocations d'un système (g) évolue suivant une loi de type Kocks-Mecking [KOK03] et rend compte de la création et de l'annihilation (restauration dynamique) des dislocations. Cette évolution est exprimée par :

$$\dot{\rho}^{(g)} = \frac{1}{b}\left(\frac{1}{L^{(g)}} - \beta\rho^{(g)}\right)\left|\dot{\gamma}^{(g)}\right| \qquad 5.4$$

β est un paramètre décrivant la restauration dynamique et b correspond à l'amplitude du vecteur de Burgers.

Les tenseurs de Schmid $R_{ij}^{(g)}$ et $R_{ij}^{(tw)}$ sont calculés respectivement pour 12 systèmes potentiels de glissement <111>{110} et 12 systèmes de maclage <111>{112} (nous supposons donc que la nucléation des macles est due à une faute d'empilement de type intrinsèque).

$$R_{ij}^{(g,tw)} = \frac{1}{2}\left(m_i^{(g,tw)}n_j^{(g,tw)} + m_j^{(g,tw)}n_i^{(g,tw)}\right) \qquad 5.5$$

Le taux de maclage mécanique $\dot{\gamma}^{tw(h)} = \dot{f}^{(h)}\gamma^{tw}$ dépend du taux de la fraction volumique de macles et du cisaillement caractéristique engendré par la formation d'une macle $\gamma^{tw} = \frac{1}{\sqrt{2}}$. L'évolution de la fraction volumique de macles, qui est considérée comme une variable interne du modèle, est donnée par une loi de type puissance et est fonction du rapport de cissions critiques de maclage :

$$\dot{f}^{(h)} = \dot{f}_0\left(1 - \sum_{t=1}^{12} f^{(t)}\right)\left(\frac{\tau^{tw(h)}}{\tau_c^{tw(h)}}\right) \text{ pour } \tau^{tw(h)} > \tau_c^{tw(h)} \qquad 5.6$$

La cission critique de maclage $\tau_c^{tw(h)}$ est obtenue à partir des données expérimentales et $\dot{f}_0$ représente le taux de maclage de référence. Si la cission critique de maclage n'est pas atteinte, *i.e.* si $\tau^{tw(h)} \le \tau_c^{tw(h)}$, le maclage n'est pas activé, et donc $\dot{f}^{(h)} = 0$. Cette loi puissance

décrivant l'évolution de la fraction de macles est inspirée du travail de Kalidindi [KAL98a][KAL98b]. Dans cette approche, et à l'inverse de certains travaux comme ceux de Proust [PRO07] sur les matériaux hexagonaux, le dé-maclage n'est pas autorisé (*i.e.* $\dot{f}^{(h)} \geq 0$**),** conformément à nos observations expérimentales.

L'évolution de la cission critique de maclage est décrite à partir d'une loi empirique proposée par Kalidindi [KAL01]. Cette loi permet de rendre compte des interactions macles-macles et de distinguer les systèmes de maclage coplanaires et non-coplanaires. Le premier terme de l'équation représente l'écrouissage dû à la production des macles non coplanaires, le second terme l'écrouissage dû à la production des macles coplanaires.

$$\dot{\tau}^{tw(t)} = h_{ncp}^{tw}\left(\sum_{t=1}^{12} f^{(t)}\right)^{\alpha} \sum \gamma^{tw} \dot{f}^{(k)} + h_{cp}^{tw}\left(\sum_{t=1}^{12} f^{(t)}\right) \sum \gamma^{tw} \dot{f}^{(k)} \qquad 5.7$$

α est un paramètre d'écrouissage, h_{ncp}^{tw} et h_{cp}^{tw} sont des paramètres permettant de décrire respectivement l'activation des systèmes non-coplanaires et coplanaires.

L'effet du maclage sur l'écrouissage est pris en compte à travers l'expression du libre parcours moyen (LPM) des dislocations. Le terme $L^{(g)}$ représente le LPM des dislocations du système (g) et prend en compte les obstacles au mouvement des dislocations [EST84]. Dans le cas des matériaux uniquement déformés par glissement plastique, le LPM est fonction des joints de grains, qui sont des obstacles forts au glissement des dislocations, et des interactions dislocations-dislocations. Dans le cas de l'acier Fe-Mn-C à effet TWIP, les macles sont des obstacles forts au mouvement de dislocations. En considérant ce dernier effet, le LPM s'écrit sous la forme :

$$\frac{1}{L^{(g)}} = \frac{1}{D} + \frac{\sqrt{\sum_{i \neq g} \rho^{i}}}{k} + B^{gh} \frac{f^{(h)}}{2re\left(1 - \sum_{h=1}^{12} f^{(h)}\right)} \qquad 5.8$$

D est la taille moyenne de grain et k un paramètre lié à la forêt de dislocations. Le dernier terme de l'équation 5.8 représente l'espacement entre les macles sécantes au système (g) selon les travaux d'Allain [ALL04b], et dépend de la fraction de macles f, de l'épaisseur moyenne de macle e et du nombre moyen de macles par faisceau r. Ces deux paramètres, e et r, sont choisis constants durant la déformation pour tous les systèmes de macles. La matrice d'interaction glissement-maclage B^{gh} est définie pour :

- B^{gh}=0 si le système de glissement (g) et le système de maclage (h) sont coplanaires
- B^{gh}=1 si le système de glissement (g) et le système de maclage (h) sont sécants

Le calcul du libre parcours moyen nous permet alors de définir la matrice d'écrouissage $H^{(gh)}$ qui traduit la nature anisotrope des interactions entre les systèmes (g) et (h) et est définie par [BER04] :

$$H^{(gh)} = \frac{\alpha\mu}{2\sqrt{\sum_k a^{gk}\rho^{(k)}}} a^{gh}\left(\frac{1}{L^{(h)}} - \beta\rho^{(h)}\right) \qquad 5.9$$

Finalement la loi d'évolution de la cission critique de glissement $\tau_r^{(g)}$ est déduite de la matrice d'écrouissage $H^{(gh)}$ et de la vitesse de glissement cristallographique $\dot{\gamma}^{(h)}$:

$$\dot{\tau}_r^{(g)} = \sum_h H^{(gh)}\left|\dot{\gamma}^{(h)}\right| \qquad 5.10$$

Le calcul de l'évolution des angles d'Euler [BUN82] permet de prendre en compte les rotations cristallines au cours de la déformation.

La prise en compte des interactions granulaires avec leur voisinage est de la première importance pour tout type de modélisation polycristalline. L'amplitude de ces interactions conditionne la proportion de la déformation plastique accommodée par le grain et par son voisinage. L'approche classique de Taylor [TAY38] considère l'hypothèse de déformation ou ici de vitesse de déformation égale dans chaque grain et donne une bonne description du développement de la texture dans les matériaux anisotropes [TOM85][LEQ87]. Néanmoins, cette hypothèse conduit à des interactions extrêmement rigides. Sabar et al [SAB02] ont développé une loi d'interaction qui permet de décrire avec succès les interactions élasto-viscoplastiques entre les grains. Dans ce travail, les deux types d'interaction seront utilisés afin d'estimer leurs pertinences pour la simulation du comportement de l'acier Fe-Mn-C à effet TWIP, de la cinétique de maclage et des évolutions de texture lors de différents trajets de déformation.

La loi d'interaction pour l'hypothèse de Taylor suppose que la vitesse locale dans chaque grain est égale à la vitesse de déformation macroscopique et s'écrit :

$$\dot{E} = \dot{\varepsilon} \qquad 5.11$$

La loi d'interaction du modèle de Sabar et al.[SAB02] s'écrit :

$$\dot{\sigma} = \dot{\sum} - C : (I - S^E) : (\dot{\varepsilon}^{vp} - A^{B^e} : \dot{E}^{vpe}) \qquad 5.12$$

S^E est le tenseur élastique d'Eshelby, A^{B^e} le tenseur de localisation de la vitesse de déformation viscoplastique et $\dot{\mathrm{E}}^{\mathrm{vpe}}$ représente la moyenne sur le polycristal de la vitesse de

déformation, *i.e.* $\dot{\mathrm{E}}^{\mathrm{vpe}} = \overline{\dot{\varepsilon}^{\mathrm{vp}}}$. Cette loi d'interaction diffère de manière significative, par le terme de localisation A^{β^e} , des équations basées sur l'approche de Kröner en utilisant la formulation de la vitesse de déformation. L'approche de Kröner considère la déformation d'incompatibilité plastique comme ''libre de contrainte'', ce qui conduit à des interactions mécaniques élastiques pures. En conséquence, les contraintes internes sont fortement surestimées. Au contraire, le modèle utilisé considère des déformations viscoplastiques dépendantes des contraintes et décrit ainsi les interactions élastiques-viscoplastiques menant à une meilleure estimation des contraintes.

La méthode utilisée ici fournit une formulation mécanique complète basée sur les champs translatés, les opérateurs de projection et l'approximation auto-cohérente des équations intégrales. L'objet du présent travail n'étant pas le développement de ce modèle mais sa validation, sa description complète est donnée dans les travaux de Sabar et al. [SAB02], Favier et al. [FAV03], Berbenni et al [BER04] et Shiekhelsouk et al [SHI09].

Le comportement global du polycristal est obtenu par la procédure classique d'homogénéisation exposée Figure 5.2. Les grandeurs macroscopiques $\dot{\Sigma}$ et $\dot{E}$ sont déterminées à partir de la moyenne des grandeurs locales, respectivement $\dot{\sigma}$ et $\dot{\varepsilon}$.

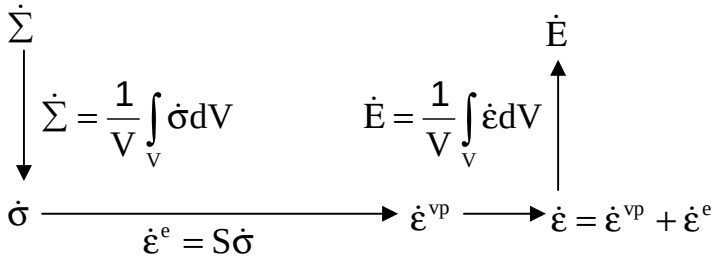


Figure 5.2 Procédure d'homogénéisation pour le passage au polycristal.

3. Stratégie d'identification des paramètres et de validation du modèle

3.1 Procédure d'identification

Les paramètres utilisés dans le modèle peuvent être classés en trois catégories. Pour certains, la détermination est expérimentale (DE) .Pour d'autres la détermination est obtenue par ajustement de la courbe (AC) simulée. Cette identification est faite pour la transition d'échelle auto-cohérente.

(i) Groupe 1 : paramètres liés au matériau

- μ : module de cisaillement à température ambiante (DE).
- ΔG_0 : énergie d'activation nécessaire pour franchir les barrières de Peierls à contrainte effective nulle (AC).
- ρ_0 : densité de dislocation initiale (DE).
- D : taille moyenne de grains (DE).

(ii) Groupe 2 : paramètres de glissement

- $\tau_{r0}^{(g)}$: cission critique initiale de glissement (DE).
- b_{110} : vecteur de Burgers des dislocations parfaites de glissement (DE).
- β : restauration dynamique (AC).
- k : paramètre lié aux dislocations de la forêt (AC).
- $\dot{\gamma}_0$: vitesse de glissement de référence (AC).

(iii) Groupe 3 : paramètres de maclage

- e : épaisseur moyenne d'une macle (DE).
- r : nombre moyen de macles par faisceau (DE).
- $\tau_c^{tw(h)}$: cission critique initiale de maclage (DE).
- $\dot{f}_0$: taux de maclage de référence (AC).
- α : paramètre d'écrouissage (AC).
- h_{ncp}^{tw} : paramètre de cinétique de maclage pour les systèmes non-coplanaires (AC).
- h_{cp}^{tw} : paramètre de cinétique de maclage pour les systèmes coplanaires (AC).
- b_{112} : Vecteur de Burgers des dislocations partielles de Shockley (DE).

Les paramètres liés au matériau du groupe 1 (μ, ρ_0 et D) sont déterminés à partir de mesures expérimentales que nous détaillerons dans le §3.1. L'énergie d'activation ΔG_0 est estimée puis ajustée sur un essai de traction.

Les paramètres liés au glissement sont déterminés à partir d'essais de traction uni-axiale réalisés à température ambiante et à 673K. A cette température, l'énergie de faute d'empilement est suffisamment haute ($\approx$80mJ.m^{-2}) pour que le maclage soit inhibé. Le matériau est alors uniquement déformé par glissement plastique, nous permettant ainsi de déterminer (β, k, $\dot{\gamma}_0$). Ces paramètres sont ajustés de manière à obtenir une bonne prédiction de la courbe de déformation expérimentale.

Une fois ce groupe de paramètres définis, nous réalisons l'identification des variables d'ajustement liées au maclage, *i.e.* ($\dot{f}_0$, α, h_{ncp}^{tw}, h_{cp}^{tw}), à partir d'un essai réalisé en traction uni-axiale à température ambiante où les deux mécanismes de déformation sont actifs. Les paramètres de glissement sont gardés constants.

3.2 Rappel des bases expérimentales

L'étude expérimentale développée lors des chapitres 3 et 4 nous a permis de mettre en évidence un certains nombre de caractéristiques relatives aux évolutions microstructurales apparaissant au cours de la déformation de l'acier Fe-Mn-C à effet TWIP. Ces faits expérimentaux, synthétisés ci-dessous de manière non-exhaustive, doivent être correctement traduits par le modèle que nous venons d'exposer.

(i) Les macles sont activées très tôt dans la déformation, à environ 0.02 de déformation vraie en traction.

(ii) La texture initiale et de déformation joue un rôle prédominant :

-Elle favorise le maclage très tôt dans la déformation dans le cas de la traction.

-Elle conditionne la cinétique de maclage au cours de la déformation.

La prise en compte de la texture initiale, ainsi que de son évolution, est donc de première importance. Le volume élémentaire représentatif (VER) est construit à partir de la discrétisation de la fonction de distribution des orientations expérimentale en des cases de 10° dans l'espace d'Euler. Le nombre d'orientations représentatives est donc de 36*9*9=2916. La texture obtenue est représentée Figure 5.3.

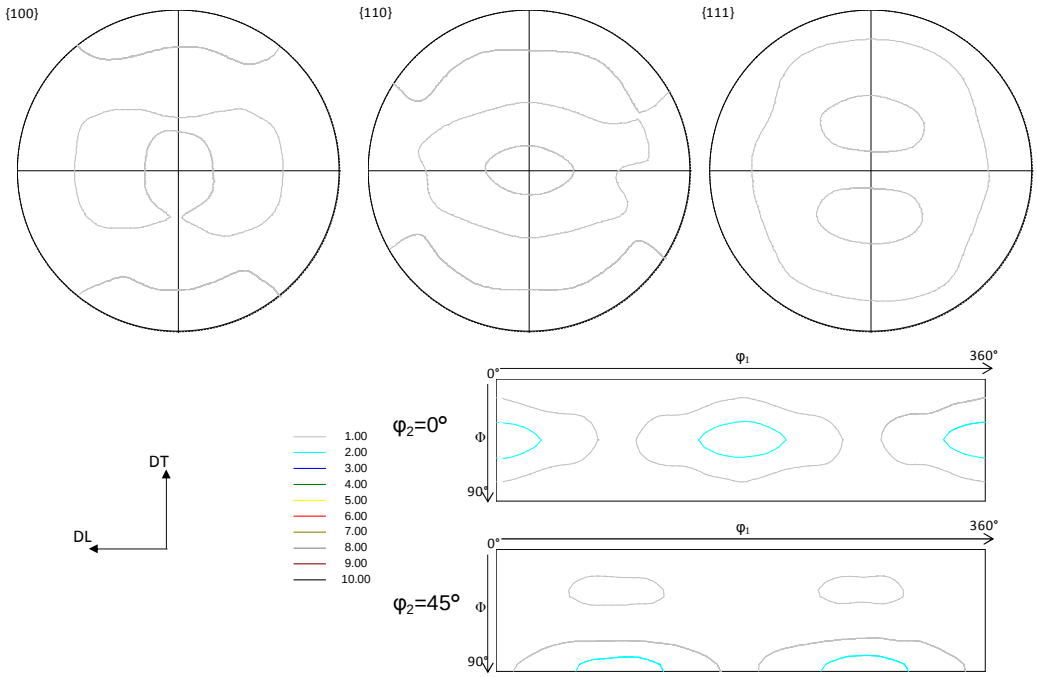


Figure 5.3 Texture du volume élémentaire représentatif constitué par 2916 orientations individuelles. Figures de pôles {100}{110}{111} et section φ_2=0° et φ_2=45° de la FDO.

Cette texture discrétisée est une bonne description de la texture expérimentale. Leurs indices de texture sont respectivement de 1.15 et 1.23. De plus, les orientations initiales de faibles densités, *i.e.* les composantes Goss et cuivre (dans le repère de laminage DL, DT, DN), sont correctement reproduites en termes de position, dispersion et intensité dans la texture discrétisée.

(iii) A 0.05 de déformation équivalente en traction, les investigations au MET nous ont montré que certains grains présentent déjà deux systèmes de maclage actifs.

(iv) Avec l'augmentation de la déformation, l'épaisseur des macles reste constante mais le nombre de macles par faisceau augmente.

(v) En traction, la plupart des grains analysés par EBSD présentent un ou deux systèmes de maclage.

(vi) La fibre <111> qui se développe lors de la traction DL est plus intense que dans le cas de la traction DT. Une plus grande part du polycristal est alors favorablement orientée pour macler en traction DL, conduisant à une fraction volumique de macles plus importante.

(vii) Lors d'une déformation en cisaillement, un seul système de maclage est majoritairement actif dans l'ensemble des grains.

(viii) Pour l'ensemble des modes de déformation, la fraction de macles totale reste faible. Elle est estimée dans le cas de la traction à environ 10% à 0.5 de déformation équivalente. Ces observations nous permettent penser que le fait de ne pas prendre en compte dans la modélisation la réorientation d'une partie du cristal lors du maclage n'a qu'une influence limitée sur la prévision des textures.

(ix) Sollicité en cisaillement réversible, l'acier Fe-22Mn-0.6C présente un effet Bauschinger très prononcé. L'écrouissage est majoritairement d'origine cinématique.

3.3 Validation des résultats

Différents résultats de simulation sont comparés aux résultats expérimentaux. Il s'agit principalement de la courbe macroscopique contrainte-déformation, de la fraction maclée, de la cinétique de maclage et de l'évolution de texture. L'indice de corrélation T, définie par l'expression 5.13, est utilisé pour comparer les textures expérimentales et simulées.

$$T = \frac{\int \left(f(g)_{exp} . f(g)_{sim} \, dg \right)}{\sqrt{\oint f(g)_{exp}^2} . \sqrt{\oint f(g)_{sim}^2}} = \frac{\int \left(f(g)_{exp} . f(g)_{sim} \, dg \right)}{\sqrt{IT_{exp}} . \sqrt{IT_{sim}}} \qquad 5.13$$

$f(g)_{exp}$ correspond à la fonction de distribution des orientations expérimentale et $f(g)_{sim}$ est la texture simulée. L'indice T permet de tester la similarité entre deux textures. Il vaut 1 si les deux textures sont identiques, *i.e.* $f(g)_{exp} = f(g)_{sim}$ si T=1. Cet indice est utilisé pour vérifier à chaque stade de déformation la qualité de prévision en texture du modèle et analyser clairement les résultats obtenus en fonctions des transitions d'échelle (Taylor et auto-cohérent).

4. Ajustement du modèle en traction

4.1 Détermination des paramètres utilisés dans le modèle

(i) Groupe 1 : paramètres matériau

Le module de cisaillement à température ambiante μ=62GPa est déterminé à partir de la relation élastique $G_0 = \frac{E}{2(1+\nu)}$, présentée au chapitre 2. L'énergie d'activation ΔG_0 =1eV est obtenue par ajustement de la courbe macroscopique. Néanmoins, sa valeur est choisie proche de $0.1\mu b^3$ [KOK75][FRO82]. La densité initiale de dislocations est estimée à 1.10^{10} m^{-2} à partir la largeur des raies de diffraction obtenues en DRX. La taille moyenne de grains D=2.6μm est déterminée à partir des cartographies EBSD réalisées sur l'état initial (Annexe B).

(ii) Groupe 2 : paramètres de glissement

Les paramètres de glissement sont déterminés à partir des essais de traction à 298K et à 673K. A haute température, le maclage étant inhibé, les paramètres de restauration dynamique $\beta=9.10^{-9}$, de résistance des dislocations de la forêt k=33.5 et de vitesse de glissement de référence $\dot{\gamma}_0 = 5.77.10^5 s^{-1}$ sont ajustés pour avoir la meilleure correspondance avec la courbe macroscopique. La cission critique initiale de glissement $\tau_{r0}^{(g)}$ est directement déterminée expérimentalement sur la courbe de traction à 298K. En supposant que la contrainte dans chaque grain est proche de la contrainte moyenne macroscopique appliquée, la cission critique initiale de glissement du système g s'écrit :

$$\tau_{r0}^g = \overline{\sigma}_{ij} R_{ij}^g = \Sigma_{11} R_{11}^g \qquad 5.14$$

Géométriquement, le système de glissement le plus favorable est tel que la direction de sollicitation fait un angle 45° avec la normale au plan de glissement et avec la direction de glissement. Nous pouvons donc écrire :

$$\begin{aligned} \tau_{r0}^{g} &= \tau^{g} \\ \tau_{r0}^{g} &= \Sigma_{11}\sin(45)\cos(45) = \frac{1}{2}\Sigma_{11} \\ \tau_{r0}^{g} &= \frac{270}{2} \\ \tau_{r0}^{g} &= 135\,MPa \end{aligned} \qquad 5.15$$

Le vecteur de Burgers b_{110}=0.256nm des dislocations parfaites de glissement a été déterminé par Allain [ALL04c].

(iii) <u>Groupe 3 : paramètres de maclage</u>

Les paramètres de maclage sont déterminés à partir des essais à température ambiante et des observations expérimentales. L'épaisseur moyenne des macles e=30nm et le nombre moyen de macles par faisceau r=4 sont évalués à partir des observations réalisées en microscopie électronique à transmission. La cission critique initiale de maclage est évaluée sur le même principe que celle de glissement (équation 5.14 et 5.15). Dans le chapitre 3, la contrainte macroscopique d'initiation du maclage efficace a été mesurée à 550MPa (stade B d'écrouissage à 0.02 de déformation équivalente), ce qui conduit à une valeur de $\tau_c^{tw(h)}$=275MPa. Néanmoins, nous verrons sur la Figure 5.3 que le modèle ne simule pas parfaitement les premières étapes de plasticité, conduisant à une sous-estimation de la contrainte. De ce fait, la cission critique initiale a été diminuée à $\tau_c^{tw(h)}$=230MPa, afin de faire débuter le maclage à environ 0.02 de déformation équivalente. Les paramètres ($\dot{f}_0$, α, h_{ncp}^{tw}, h_{cp}^{tw}), relatifs à l'écrouissage et à la cinétique de maclage, sont ajustés de manière à obtenir une bonne prévision des données expérimentales.

La table 5.1 synthétise l'ensemble des paramètres et leurs valeurs déterminées pour l'essai de traction DL.

Groupe	Symbole	Valeur	Signification	Détermination
Paramètres matériau	μ	62GPa	Module de cisaillement	DE
	ΔG_0	1ev	Energie d'activation	AC
	ρ_0	1.10^{10} m^{-2}	Densité de dislocations initiale	DE
	D	2.6µm	Taille de grain moyenne	DE
Paramètres de glissement	$\tau_{r0}^{(g)}$	135MPa	Cission critique initiale de glissement	DE
	b_{110}	0.256nm	Vecteur de Burgers des dislocations parfaites	DE
	β	9.10^{-9}	Restauration dynamique	AC
	K	33.5	Dislocations de la forêt	AC
	$\dot{\gamma}_0$	$5.77.10^{5}$ s^{-1}	Vitesse de glissement initiale	AC
Paramètres de maclage	e	30nm	Epaisseur moyenne de macle	DE
	r	4	Nombre moyen de macles par faisceaux	DE
	b_{112}	0.147nm	Vecteur de Burgers des dislocations partielles de Shockley	DE
	$\tau_c^{(tw)(h)}$	230MPa	Cission critique initiale de maclage	DE
	$\dot{f}_0$	5.10^{-5} s^{-1}	Taux de maclage initial	AC
	α	0.01	Paramètre d'écrouissage pour le maclage	AC
	h_{ncp}^{tw}	$3.5.10^{3}$	Paramètre cinétique	AC
	h_{cp}^{tw}	$1.5.10^{4}$	Paramètre cinétique	AC

Table 5.1 Valeurs des paramètres utilisés dans le modèle.

4.2 Résultats en traction uni-axiale DL

4.2.1 Comportement mécanique et cinétique de maclage

La Figure 5.3 présente les courbes de traction expérimentales et simulées à 298K et 673K, pour les deux transitions d'échelle. La détermination des valeurs des paramètres à 673K permet une bonne description de la courbe expérimentale à 298K avec la transition auto-cohérente, au-delà de 0.05 de déformation équivalente. Le modèle ne simule pas correctement les étapes de microplasticité et de plasticité en début de déformation. Le premier effet du maclage sur l'écrouissage, qui apparait lors du stade B à 0.02 de déformation équivalente, n'est alors pas décrit, comme nous pouvons le voir sur la Figure 5.4 représentant l'évolution avec la déformation de l'écrouissage normalisé. Au-delà de 0.05 de déformation équivalente, le modèle fournit une bonne description du comportement mécanique. Comme cela était prévisible, la simulation utilisant l'hypothèse de Taylor surestime la contrainte, mais fournit néanmoins une bonne approximation.

Bien que les stades d'écrouissage, tels que définis lors de l'analyse expérimentale du chapitre 3, n'apparaissent pas de manière nette (Figure 5.4) on observe que la contribution du maclage à la contrainte d'écoulement et au maintient d'un niveau d'écrouissage élevé est importante (courbe bleue). La simulation du comportement du matériau à 298K sans maclage permet d'appréhender cet effet. A 0.25 de déformation équivalente, le gain en contrainte est de 270MPa (Figure 5.3) entre les simulations avec et sans maclage. De plus,

l'inhibition du maclage conduit à une chute d'écrouissage très importante et continue (Figure 5.4).

L'activité de maclage est décrite par les évolutions de la fraction de macles (Figure 5.5) et de la proportion de grains activant 0, 1 et 2 systèmes (Figure 5.6). Bien que ne disposant pas d'une quantification précise de ces derniers paramètres, l'analyse expérimentale nous a permis de dégager les grandes tendances de ces évolutions.

L'évolution simulée de la fraction de macles pour les deux transitions d'échelle est en très bon accord avec l'estimation expérimentale (Figure 5.5). Le modèle auto-cohérent donne une légère sous-estimation de la fraction alors que l'hypothèse de Taylor conduit à une surestimation. L'activation du maclage se fait très tôt, dès 0.02 de déformation équivalente, conformément à nos observations expérimentales. Les analyses effectuées au MET ont révélées que certains grains présentaient déjà deux systèmes de macles actifs à 0.05 de déformation équivalente. Les deux simulations conduisent également à l'activation très rapide de deux systèmes de maclage (Figure 5.6). Dans le cas de la transition de Taylor, une très grande proportion de grains active très brutalement ces deux systèmes, près de 45% à 0.05 de déformation équivalente. La transition auto-cohérente permet une meilleure description de cette activation. La proportion de grains activant deux systèmes augmente de manière très progressive avec la déformation, ce qui rend mieux compte de l'évolution expérimentale. La transition de Taylor requiert pour accommoder la déformation une plus grande proportion de grains ayant deux systèmes actifs. A 0.3 de déformation équivalente, tous les grains sont déformés par maclage. Les mêmes proportions ont activé un et deux systèmes avec la transition de Taylor, soit environ 50%. Dans le cas auto-cohérent, la proportion majoritaire est celle avec un seul système de macles, 70% du volume élémentaire représentatif, pour 30% ayant deux systèmes, ce qui est en bon accord avec nos observations en EBSD. L'approche de Taylor semble donc trop simplificatrice pour permettre une bonne description de l'activité de maclage. La prise en compte des interactions locales selon le modèle auto-cohérent permet de mieux simuler la cinétique de maclage.

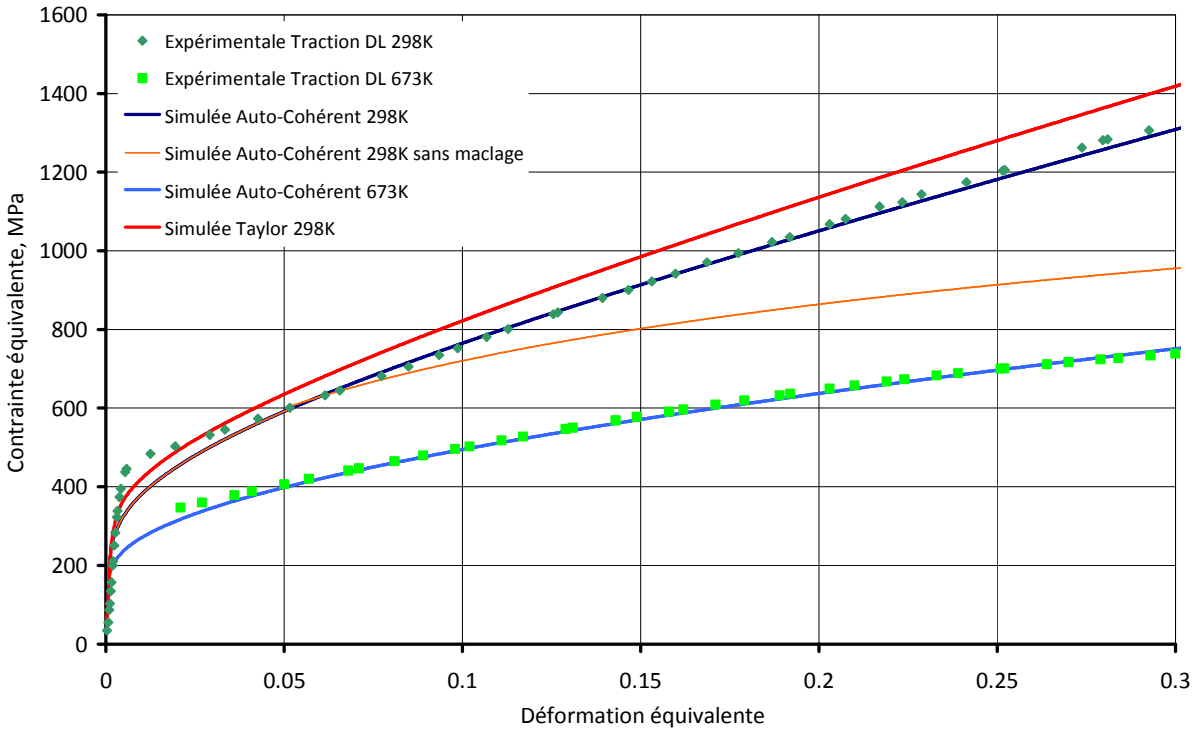


Figure 5.3 Courbes de traction DL simulées suivant différentes conditions pour les transitions d'échelle de Taylor et auto-cohérente.

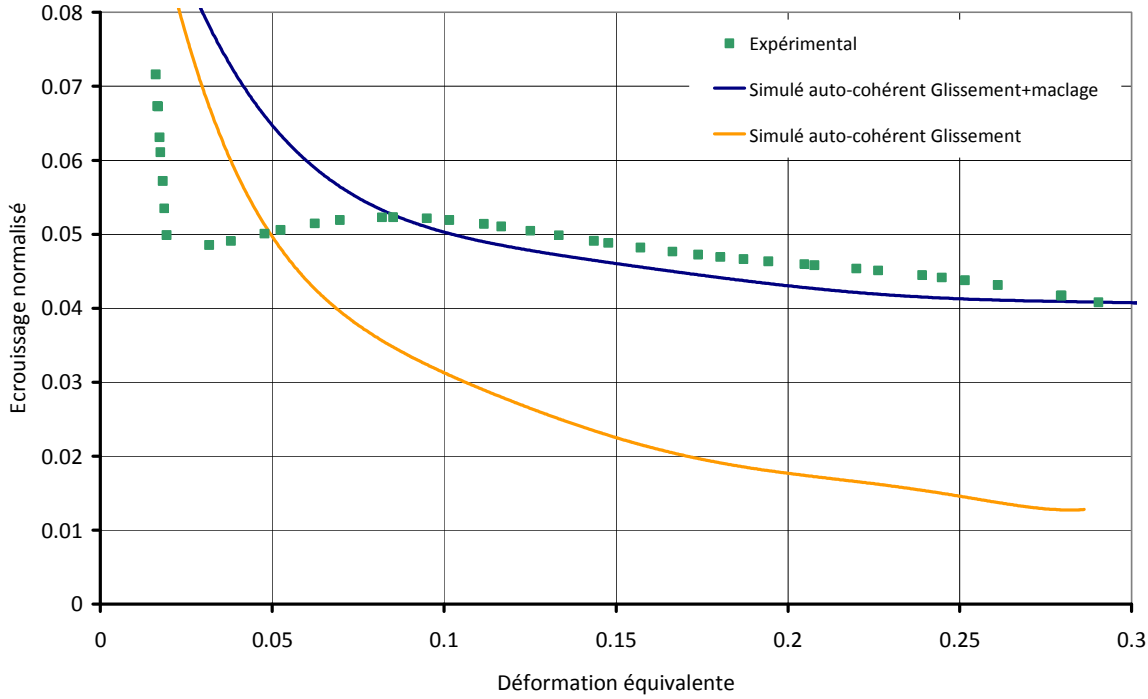


Figure 5.4 Courbes d'écrouissage simulées avec la transition d'échelle auto-cohérente avec et sans maclage.

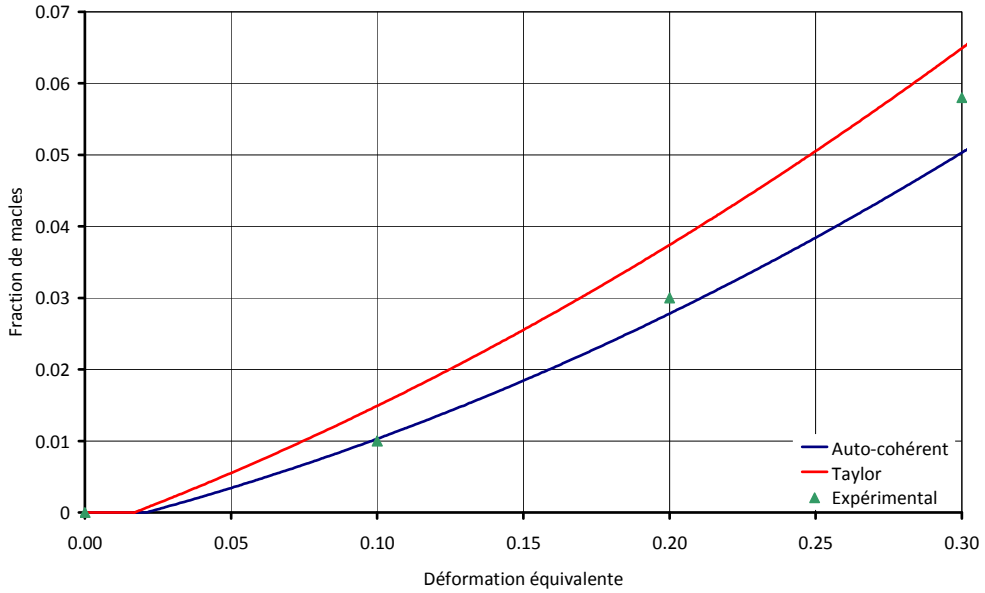


Figure 5.5 Evolution de la fraction de macles simulée avec la transition d'échelle de Taylor et auto-cohérente.

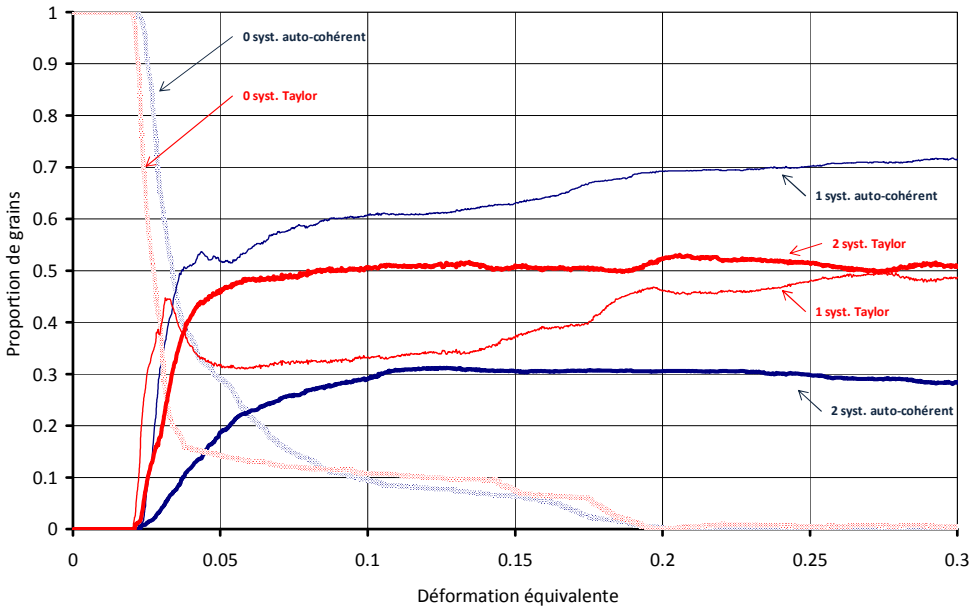


Figure 5.6 Evolution avec la déformation des proportions de grains simulées activant 0, 1 et 2 systèmes de maclage, suivant les deux transitions d'échelle.

4.2.2 Evolution de texture

Les textures expérimentale et simulées à 0.3 de déformation équivalente sont représentées Figure 5.7. Globalement, les textures simulées avec les deux transitions d'échelle fournissement une très bonne description de la texture expérimentale. Dans les deux cas, on observe bien l'apparition des fibres partielles <100> et <111>, toutes deux parallèles à l'axe de sollicitation. Les orientations stables de déformation, *i.e.* laiton tournée, Goss, cuivre et cube sont bien reproduites.

Les intensités des orientations stables simulées avec la transition auto-cohérente sont très proches de celles observées expérimentalement. La différence la plus marquée concerne l'orientation Goss, dont l'intensité simulée est de 5.9 contre 7.1 pour l'expérimentale. Cette différence peut être liée au fait que l'on ne prend pas en compte la réorientation d'une partie du cristal lors du maclage. Nous avons en effet vu au chapitre 3 que les grains appartenant aux composantes laiton tournée ou cuivre génèrent des orientations de macles proches de la composante Goss, qui ne sont pas traduites dans la simulation. Les fractions volumiques relatives aux orientations stables sont correctement reproduites sur l'ensemble de la déformation (Figure 5.8).

La transition de Taylor produit une texture moins marquée. Les orientations principales sont bien reproduites, mais leurs intensités sont plus faibles, particulièrement pour les composantes principales laiton tournée et cuivre. Par conséquent, la fibre partielle <111>//DL est moins prononcée. L'acuité de texture est donc plus faible dans le cas de l'approche de Taylor, comme nous pouvons le voir sur l'évolution de l'indice de texture Figure 5.9a. Les fractions volumiques sont toutes légèrement sous estimées (Figure 5.8).

L'évolution de l'indice de corrélation, définie §3.3 et représentée Figure 5.9b pour la traction DL, permet de suivre la correspondance entre les textures simulée et expérimentale. Sur l'ensemble de la déformation, la correspondance est très bonne pour les deux transitions d'échelle (l'échelle de l'indice de corrélation T commence à 0.9). Néanmoins, dans les premiers stades de déformation, du fait de la mauvaise description de la courbe macroscopique, les textures simulées s'écartent légèrement de la texture expérimentale. Après 0.1 de déformation équivalente, elles tendent à nouveau à converger. De plus, comme nous avons déjà pu le constater pour la texture à 0.3 de déformation équivalente, la transition auto-cohérente donne une texture simulée plus proche de la texture expérimentale. L'indice de corrélation correspondant est toujours supérieur à celui obtenu avec la transition de Taylor.

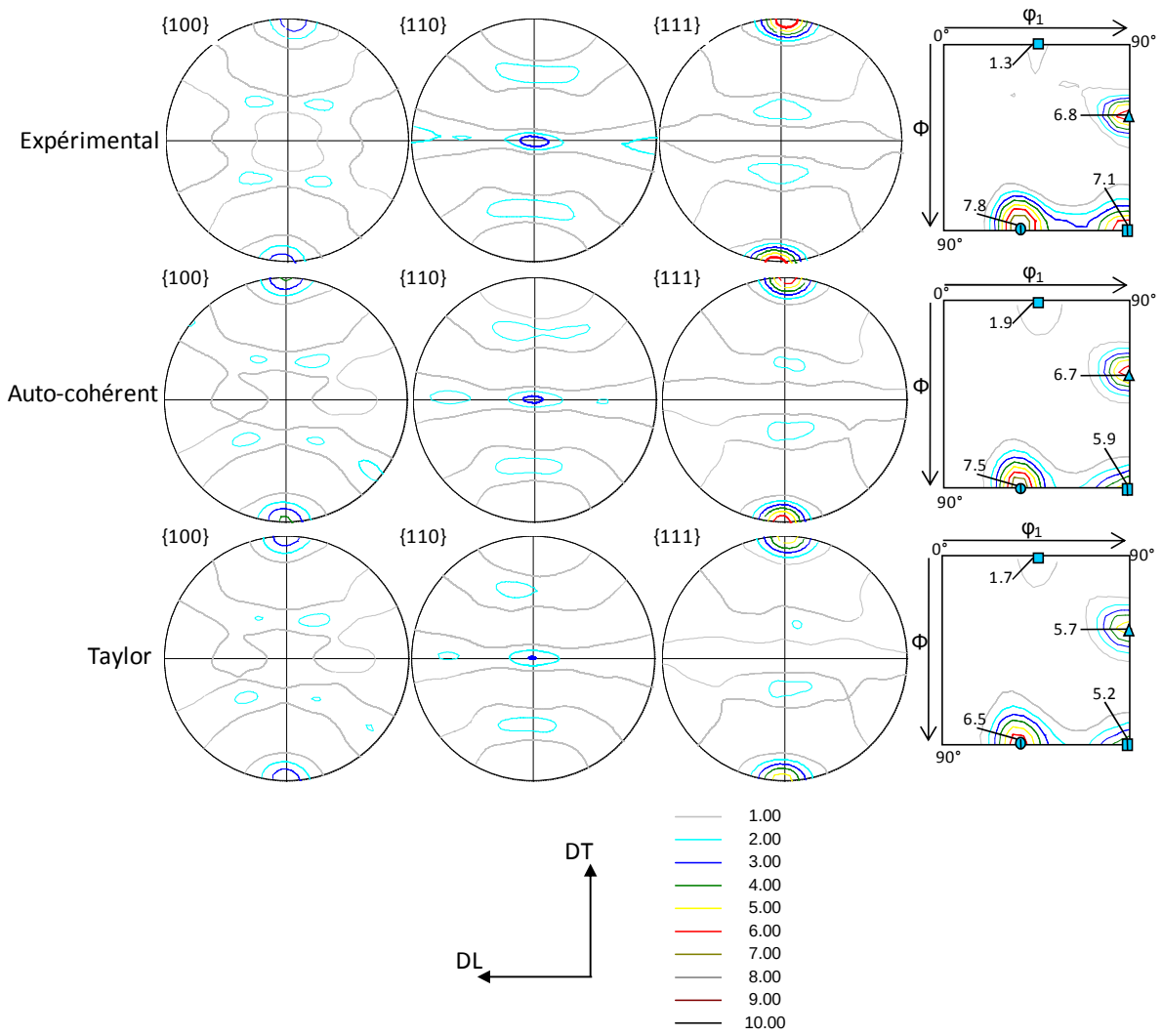


Figure 5.7 Textures expérimentales et simulées à 0.3 de déformation équivalente en traction uni-axiale suivant l'axe DL.

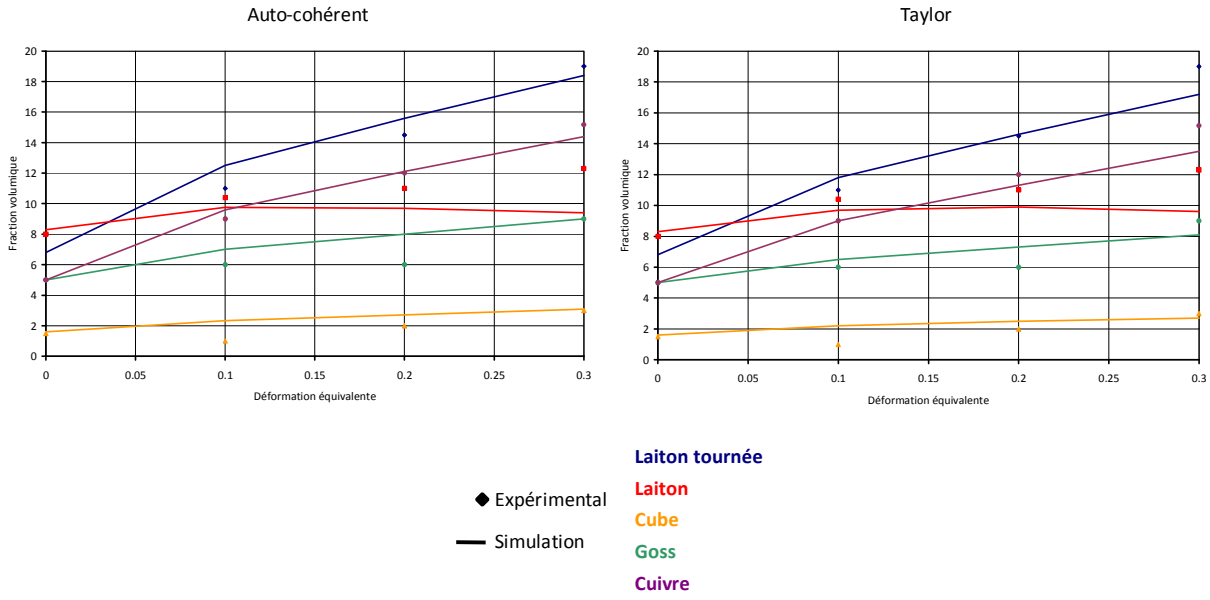


Figure 5.8 Evolution des fractions volumiques des orientations stables de déformation, pour la transition auto-cohérente et de Taylor.

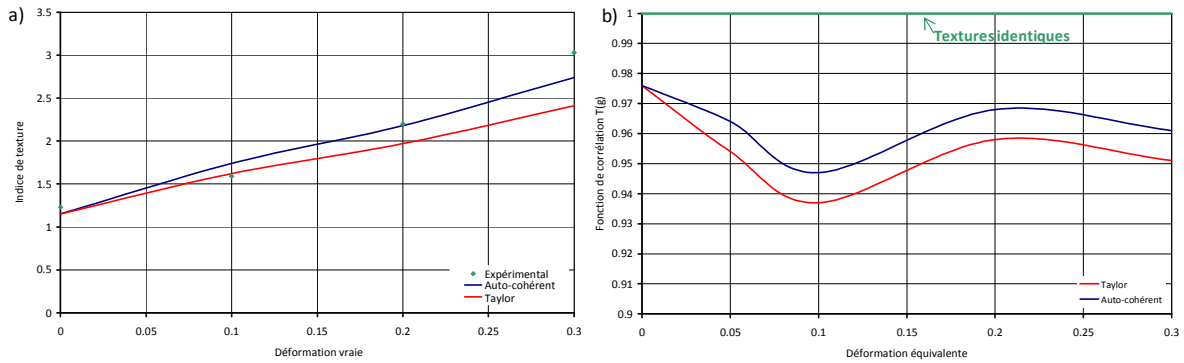


Figure 5.9 Evolution avec la déformation (a) de l'indice de texture et (b) de l'indice de corrélation, pour les deux transitions d'échelle.

Les résultats obtenus permettent une très bonne description de l'essai de traction suivant l'axe DL, tant sur le plan mécanique que microstructural. La principale différence entre les résultats obtenus selon les deux transitions d'échelle testées est la cinétique de maclage. Bien que prédisant une fibre <111>// DL moins intense (fibre favorable au maclage), la fraction de macles simulée avec la transition de Taylor est surestimée. Une grande proportion de grains active en effet deux systèmes de maclage.

Conformément à nos attentes, la transition auto-cohérente fournit une meilleure description des évolutions microstructurales que celle de Taylor. Cette dernière donne néanmoins des résultats simulés présentant les tendances observées expérimentalement.

5. Simulation des trajets monotones

5.1 Traction uni-axiale DT

La courbe de traction à température ambiante suivant DT est bien reproduite par le modèle pour la transition auto-cohérente (Figure 5.10). La transition de Taylor conduit à une surestimation de la contrainte d'écoulement.

La cinétique de maclage simulée est représentée Figure 5.11. Les évolutions simulées des fractions de macles sont en bon accord avec les résultats expérimentaux (Figure 5.11a). Le modèle permet notamment de bien rendre compte de la plus faible fraction de macles obtenue lors de la traction DT que lors de la traction DL. Ces fractions de macles sont évaluées expérimentalement à respectivement 0.026 et 0.058 à 0.3 de déformation équivalente. Le modèle auto-cohérent prédit des fractions respectives de 0.032 (DT) et 0.0503 (DL). L'activation des systèmes de maclage (Figure 5.11b) est très semblable à l'activation simulée en traction DL (Figure 5.6), conformément à nos observations expérimentales. Le modèle auto-cohérent permet toujours une description plus progressive de l'évolution de la proportion de grains activant deux systèmes de maclage.

Les textures simulées pour l'essai de traction à 0.3 de déformation équivalente sont représentées Figure 5.12. Les deux fibres partielles <100> et <111> sont bien reproduites avec les deux transitions d'échelle, le modèle auto-cohérent permettant néanmoins une meilleure description de l'intensité de la fibre <111>. Les orientations stables de déformations constitutives de ces deux fibres, *i.e.* les composantes laiton, cuivre tournée, Goss tournée et cube sont également très bien retranscrites par le modèle. Les textures simulées sont en bon accord avec la texture expérimentale sur l'ensemble de la déformation, comme nous pouvons le voir en considérant l'évolution de l'indice de texture (Figure 5.13a) et de l'indice de corrélation (Figure 5.13b).

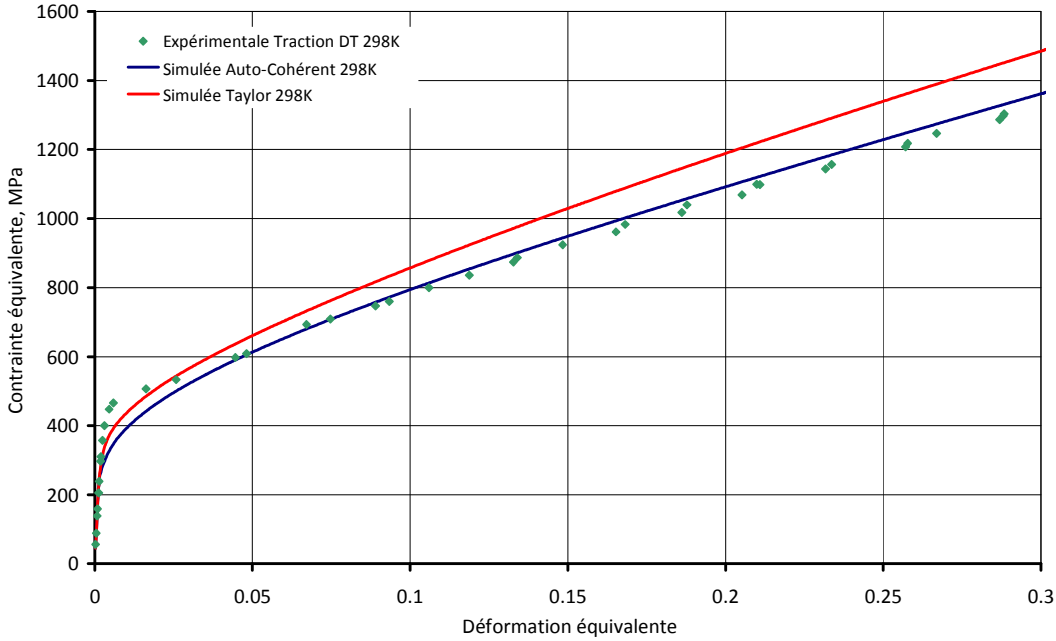


Figure 5.10 Courbes de traction DT simulées à température ambiante avec les transitions d'échelle de Taylor et auto-cohérente.

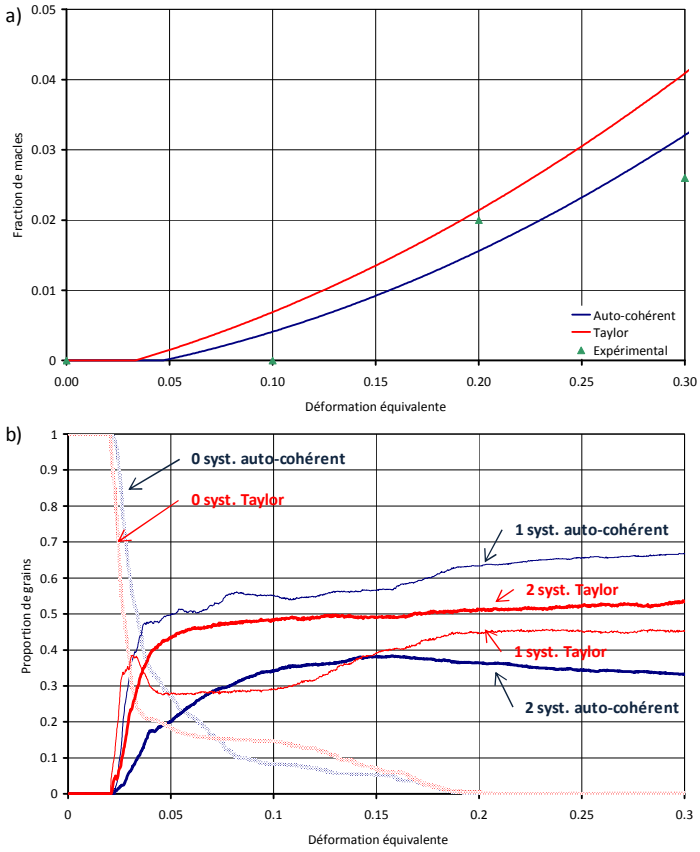


Figure 5.11 Cinétique de maclage simulée pour la traction DT à partir des transitions d'échelle de Taylor et auto-cohérente. (a) Evolution de la fraction de macles (b) Evolution des proportions de grains activant 0, 1 et 2 systèmes de maclage.

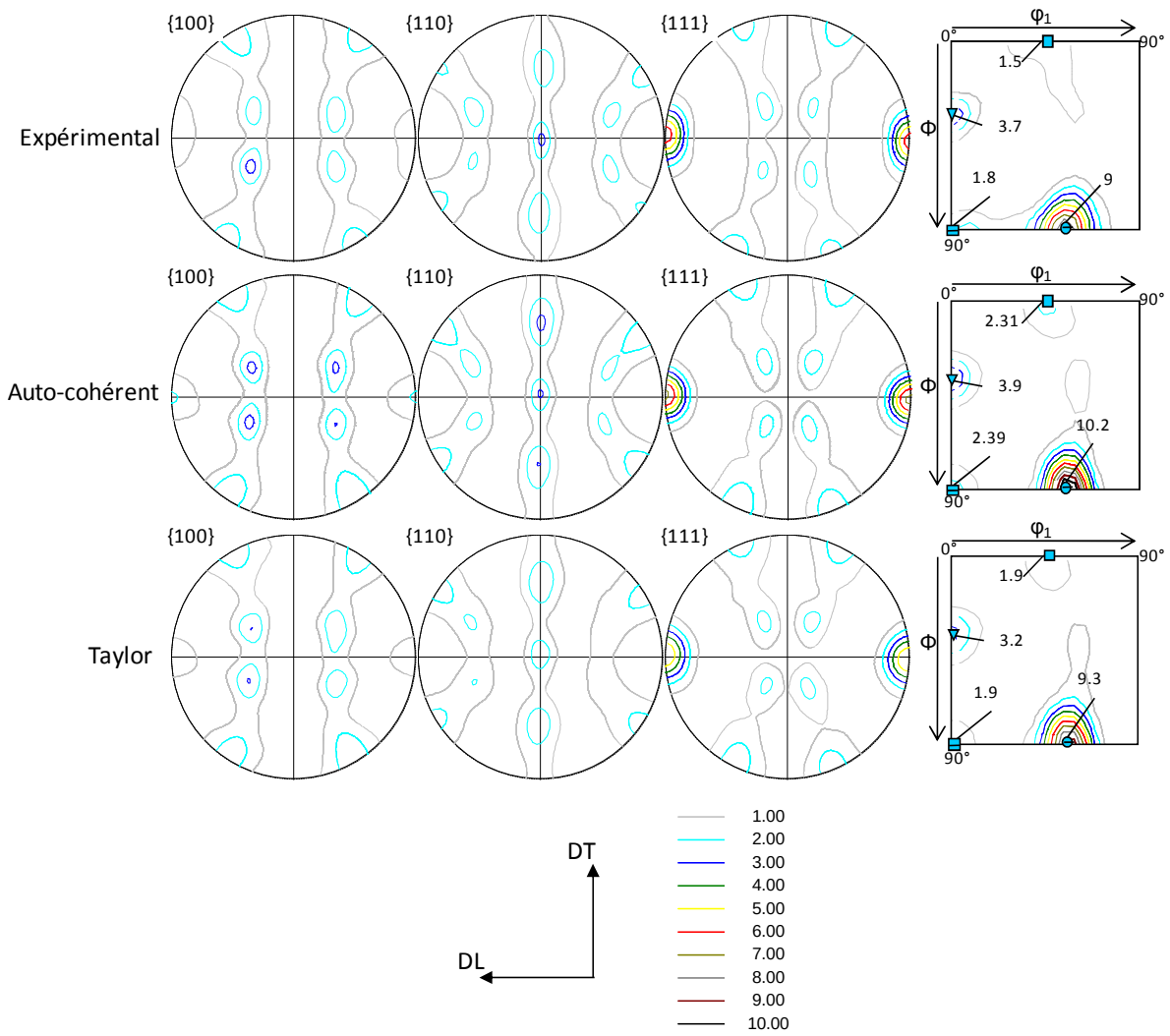


Figure 5.12 Textures expérimentale et simulées à 0.3 de déformation équivalente en traction uni-axiale suivant l'axe DT.

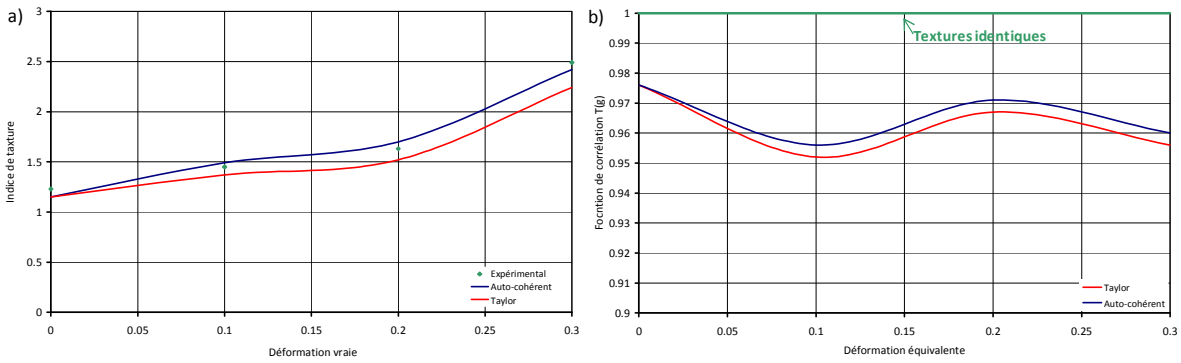


Figure 5.13 Evolution avec la déformation (a) de l'indice de texture et (b) de l'indice de corrélation, pour les deux transitions d'échelle.

5.2 Cisaillement monotone DL

Le cisaillement monotone a été simulé avec le jeu de paramètres évalués en traction DL (§4.1). Le modèle permet à nouveau une très bonne simulation de la courbe d'essai macroscopique (Figure 5.14).

La Figure 5.15a présente l'évolution des fractions simulées de macles pour le cisaillement selon les deux transitions d'échelle. L'analyse des résultats expérimentaux ne nous avait pas permis de déterminer la fraction de macles lors de ce mode de déformation. Néanmoins, la proportion simulée de macles semble en bonne adéquation avec les résultats précédents, *i.e.* 0.077 avec la transition de Taylor et 0.047 avec le modèle auto-cohérent à 0.3 de déformation équivalente. La Figure 5.15b nous permet de comparer les fractions simulées de macles avec le modèle auto-cohérent lors de la traction DL, DT et du cisaillement. La simulation a été poursuivie jusqu'à 0.55 de déformation équivalente en cisaillement, correspondant à la rupture des échantillons en traction. Il apparaît que la fraction simulée de macles à 0.55 de déformation équivalente en cisaillement est supérieure à celles simulées en traction DL et DT, respectivement à 0.158, 0.128 et 0.095. Jusqu'à environ 0.2 de déformation vraie, la fraction simulée en cisaillement évolue lentement et est inférieure à la fraction simulée en traction DL. Au-delà, l'évolution de la fraction simulée en cisaillement s'accélère, pour devenir supérieure à celle simulée en traction DL à partir d'environ 0.35 de déformation vraie.

Les études microstructurales ont révélé qu'en cisaillement monotone, un seul système de maclage était actif dans la majorité des grains. Cette activation et répartition des systèmes de maclage sont bien reproduites par les simulations (Figure 5.16). La proportion de grains activant un seul système est majoritaire. Conformément à nos observations, près de 95% des grains activent un seul système de maclage dans le cas de la transition auto-cohérente. Comme cela a été observé pour les simulations en traction, une plus grande proportion de grains active un second système dans le cas de la transition de Taylor, près de 20% à 0.3 de déformation équivalente.

Les textures expérimentale et simulées à 0.3 de déformation équivalente sont représentées Figure 5.17. La correspondance entre les textures est moins bonne dans le cas du cisaillement qu'en traction. Les figures de pôles {100} présentent une légère dissymétrie par rapport à la figure de pôle expérimentale. Le modèle permet néanmoins de prévoir la texture expérimentale avec une bonne approximation en utilisant les deux transitions d'échelle. Les composantes principales de déformation A_1*, C et A_2* sont bien reproduites, mais présentent des différences d'intensités par rapport à celles obtenues expérimentalement. Il s'agit principalement des composantes A_1* et C, dont les intensités sont surévaluées par le modèle pour les deux transitions d'échelle. Cet effet peut être attribué au fait de ne pas prendre en compte la réorientation de la partie maclée du cristal. L'analyse expérimentale a mis en évidence que les orientations de macles générées dans les

grains appartenant aux composantes A_1* et C renforcent la composante A_2*. Cette surestimation des intensités conduit à une acuité supérieure pour les textures simulées (Figure 5.18a). La correspondance entre textures expérimentale et les simulées, décrite par l'indice de corrélation est alors moins bonne que dans le cas de la traction (Figure 5.18b).

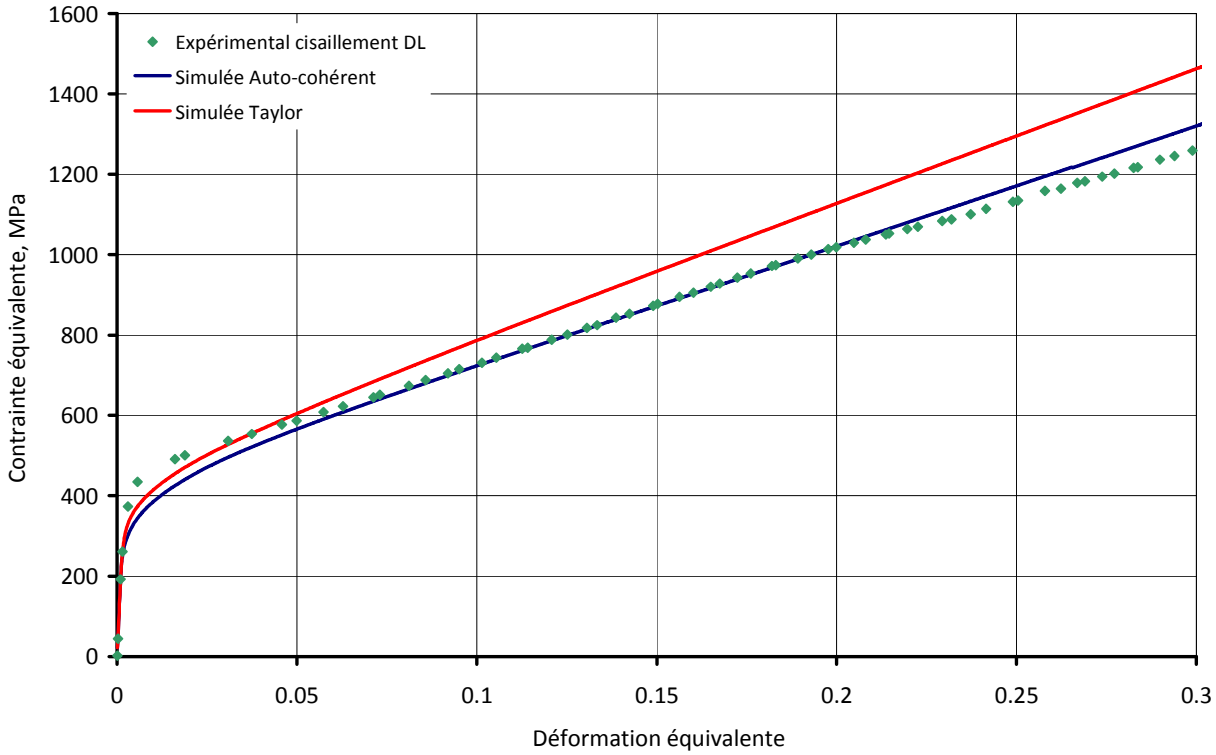


Figure 5.14 Courbes de cisaillement suivant DL simulées à température ambiante pour les transitions d'échelle de Taylor et auto-cohérente.

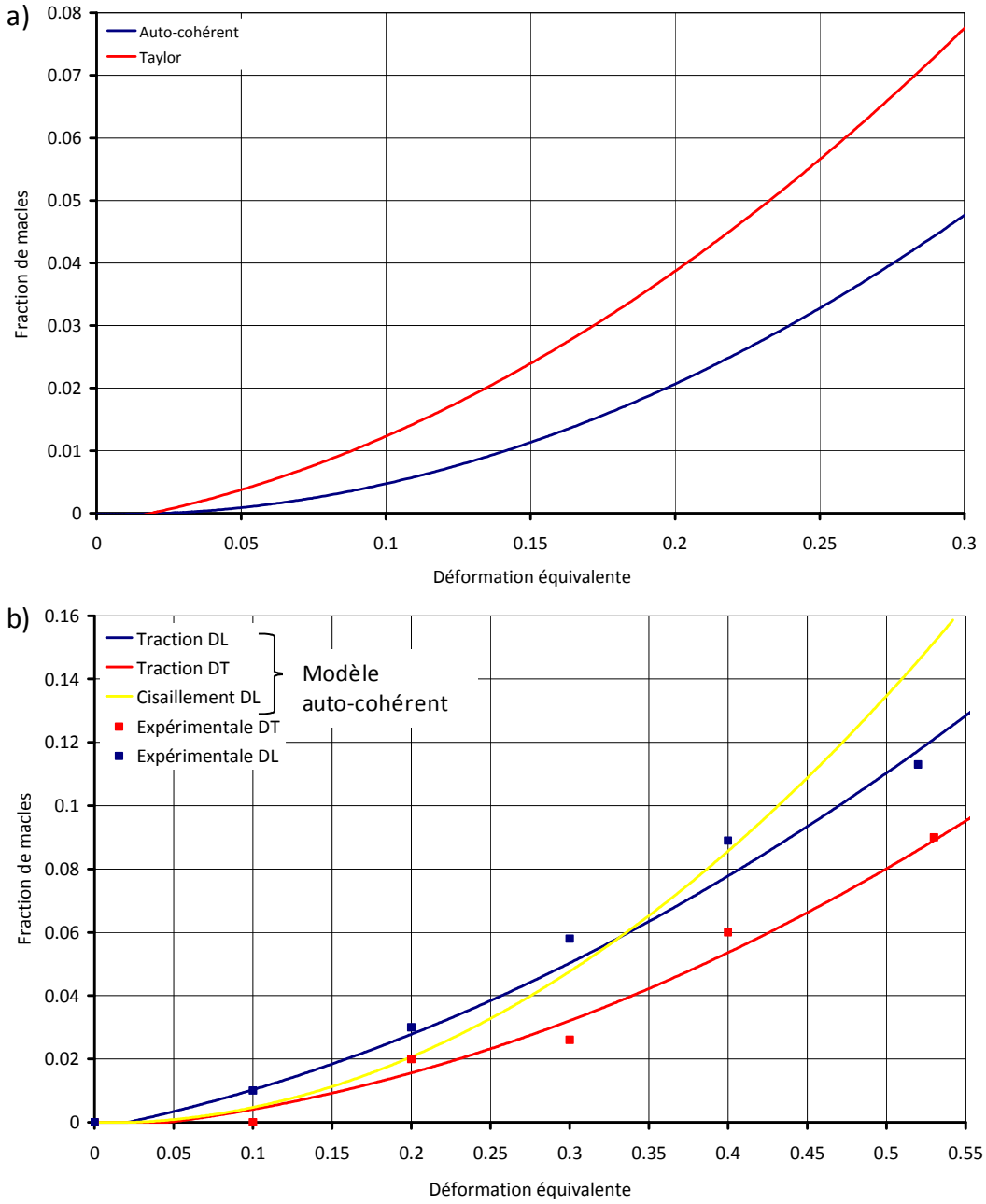


Figure 5.15 Evolution de la fraction de macles simulée en cisaillement monotone (a) résultats pour les deux transitions d'échelles (b) Comparaison des fractions simulées avec le modèle auto-cohérent en traction DL-DT et cisaillement monotone.

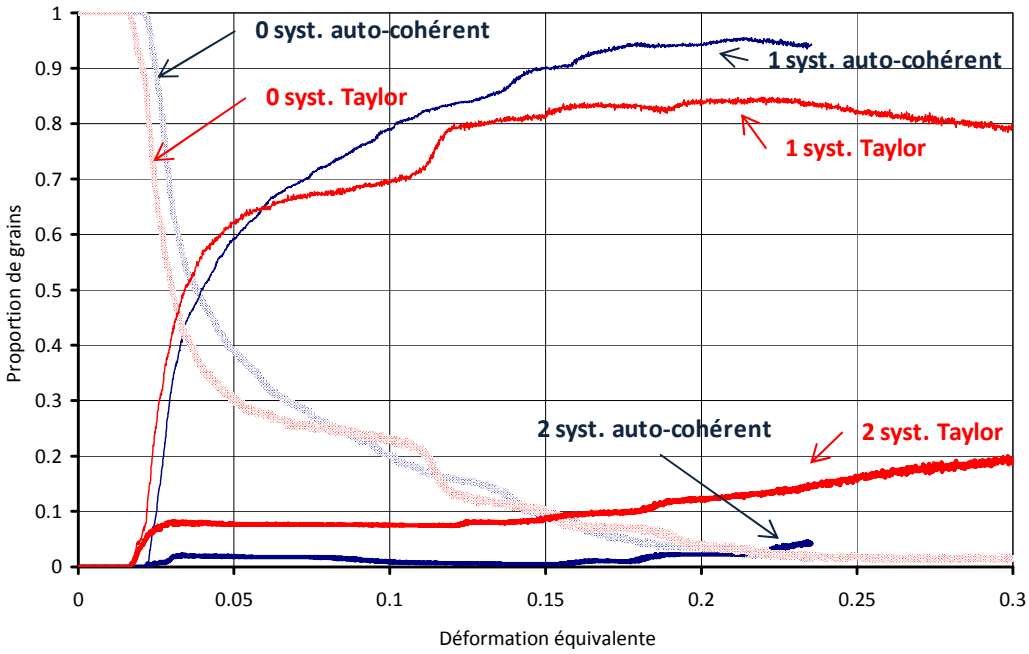


Figure 5.16 Evolution avec la déformation des proportions de grains simulées activant 0, 1 et 2 systèmes de maclage, suivant les deux transitions d'échelle.

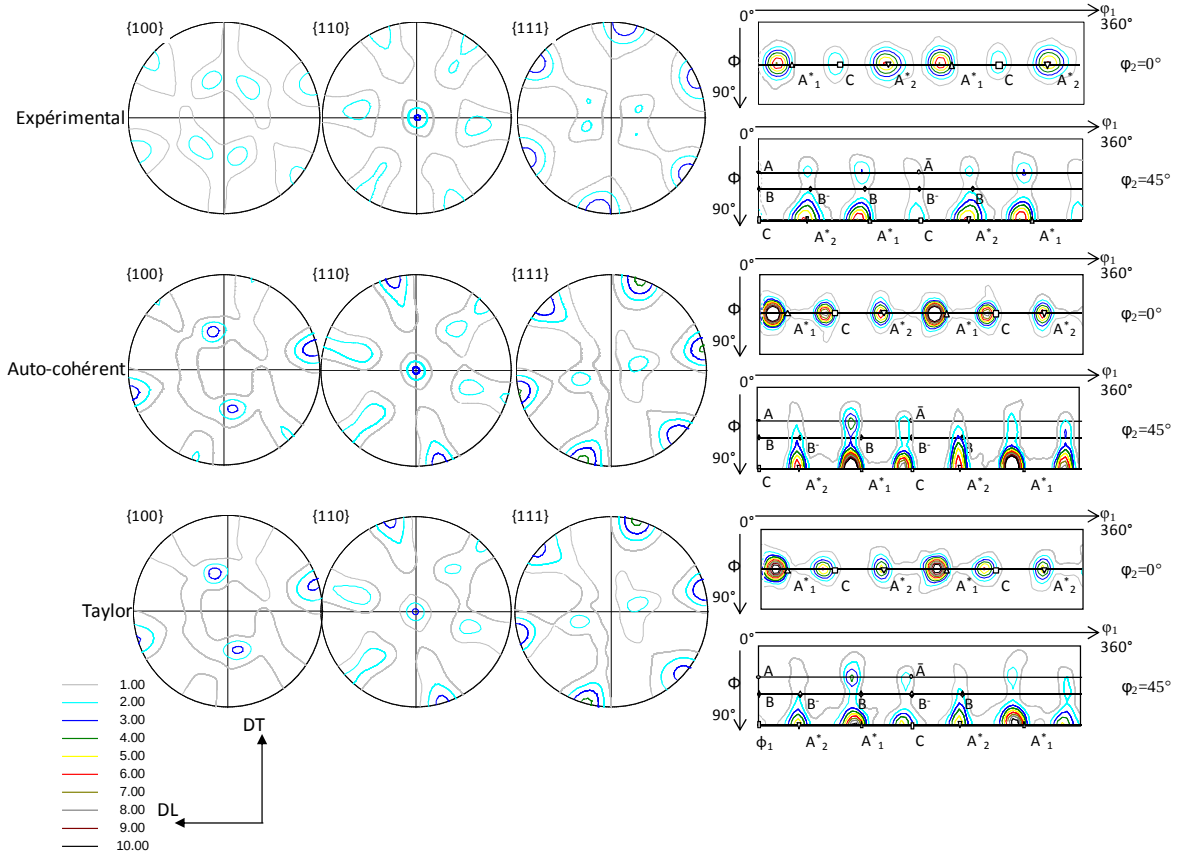


Figure 5.17 Textures expérimentale et simulées à 0.3 de déformation équivalente en cisaillement monotone.

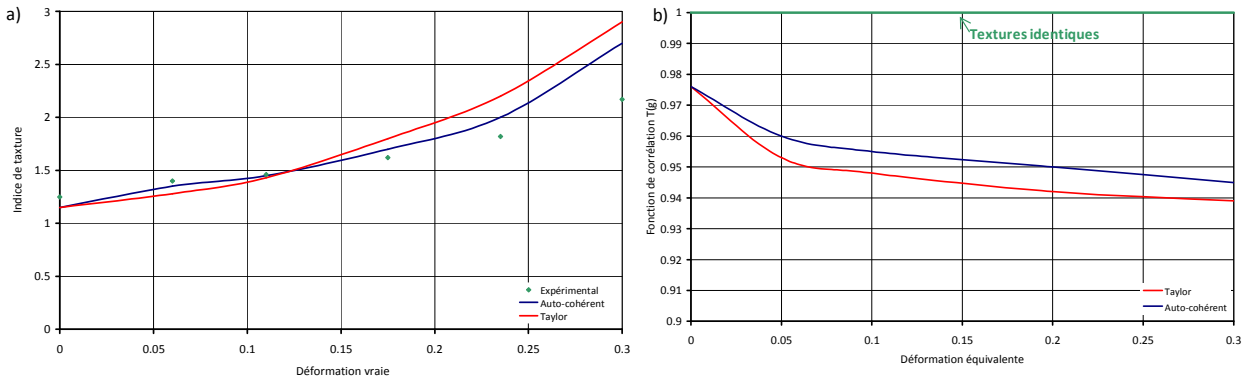


Figure 5.18 Evolution avec la déformation (a) de l'indice de texture et (b) de l'indice de corrélation, pour les deux transitions d'échelle.

L'ensemble des simulations correspondant à des trajets de déformation monotone que nous venons de simuler (traction DL et DT, cisaillement monotone) est en bon accord avec les résultats expérimentaux. Les courbes de comportement mécanique, la cinétique de maclage ainsi que la texture de déformation sont bien reproduites par la simulation. La bonne correspondance entre résultats expérimentaux et simulés, nous a conduit à entreprendre la simulation du comportement du matériau lors de sollicitations plus complexes.

6. Trajets complexes de déformation

Dans cette dernière partie, nous présentons les résultats de simulations relatifs à deux trajets complexes de déformation : le cisaillement réversible et un changement de trajet orthogonal (traction plane – cisaillement). Les résultats sont analysés en termes de comportement mécanique et d'évolutions microstructurales. Les paramètres utilisés dans le modèle sont les mêmes que pour les simulations précédentes.

6.1 Cisaillement réversible – simulation de l'effet Bauschinger

6.1.1 Analyse du comportement mécanique simulé

La Figure 5.19 présente les courbes de comportement mécanique simulées avec respectivement les transitions d'échelle de Taylor (Figure 5.19a) et auto-cohérente (Figure 5.19b) pour différents états de pré-déformation. Les résultats utilisant respectivement les

deux transitions d'échelle sont présentés séparément pour plus de lisibilité. Le trajet aller a été analysé précédemment, §5.2.

L'approche de Taylor conduit à des résultats de simulation donnant une description assez éloignée du comportement mécanique réel du trajet retour. La pré-déformation est simulée avec une légère surestimation de la contrainte. Lors du trajet retour, l'effet Bauschinger est très largement sous-estimé. L'entrée dans la zone plastique à la recharge se fait pour une contrainte très élevée par rapport à celle de la courbe expérimentale. Avec l'augmentation de la déformation, l'écrouissage est également très nettement surestimé. Les courbes expérimentale et simulée divergent de plus en plus avec l'augmentation de la déformation. La pente de la courbe simulée s'écarte fortement de la pente d'écrouissage initiale.

L'approche auto-cohérente permet d'obtenir des résultats en meilleur accord avec les données expérimentales. Le trajet de pré-déformation est très bien décrit, conformément à l'analyse faite §5.2. Lors du trajet retour, la réponse mécanique simulée est proche de la réponse expérimentale. Néanmoins, l'effet Bauschinger est aussi sous-estimé. La limite d'écoulement est surestimée de la même manière qu'avec la transition de Taylor mais dans des proportions moindres. Pour les déformations ultérieures, bien que la contrainte soit surestimée, le modèle auto-cohérent donne une pente d'écrouissage similaire à celle de la courbe expérimentale. La prise en compte des interactions intergranulaires selon le modèle auto-cohérent conduit donc à une bonne approximation de la courbe expérimentale en cisaillement réversible.

Les essais expérimentaux nous ont permis d'analyser la nature de l'écrouissage (chapitre 4) et d'identifier les contributions cinématique et isotrope. Ces données expérimentales sont comparées aux résultats obtenus en modélisation, Figure 5.20. Pour les deux transitions d'échelle, l'écrouissage cinématique (et donc l'effet Bauschinger) est sous-estimé (Figure 5.20a) alors que l'écrouissage isotrope est largement surestimé (Figure 5.20b). Bien que la courbe simulée avec l'approche auto-cohérente soit proche de la courbe expérimentale, la répartition obtenue entre les deux contributions est l'inverse de la répartition réelle. Cependant la surestimation de l'écrouissage isotrope adoucit la sous-estimation de l'écrouissage cinématique.

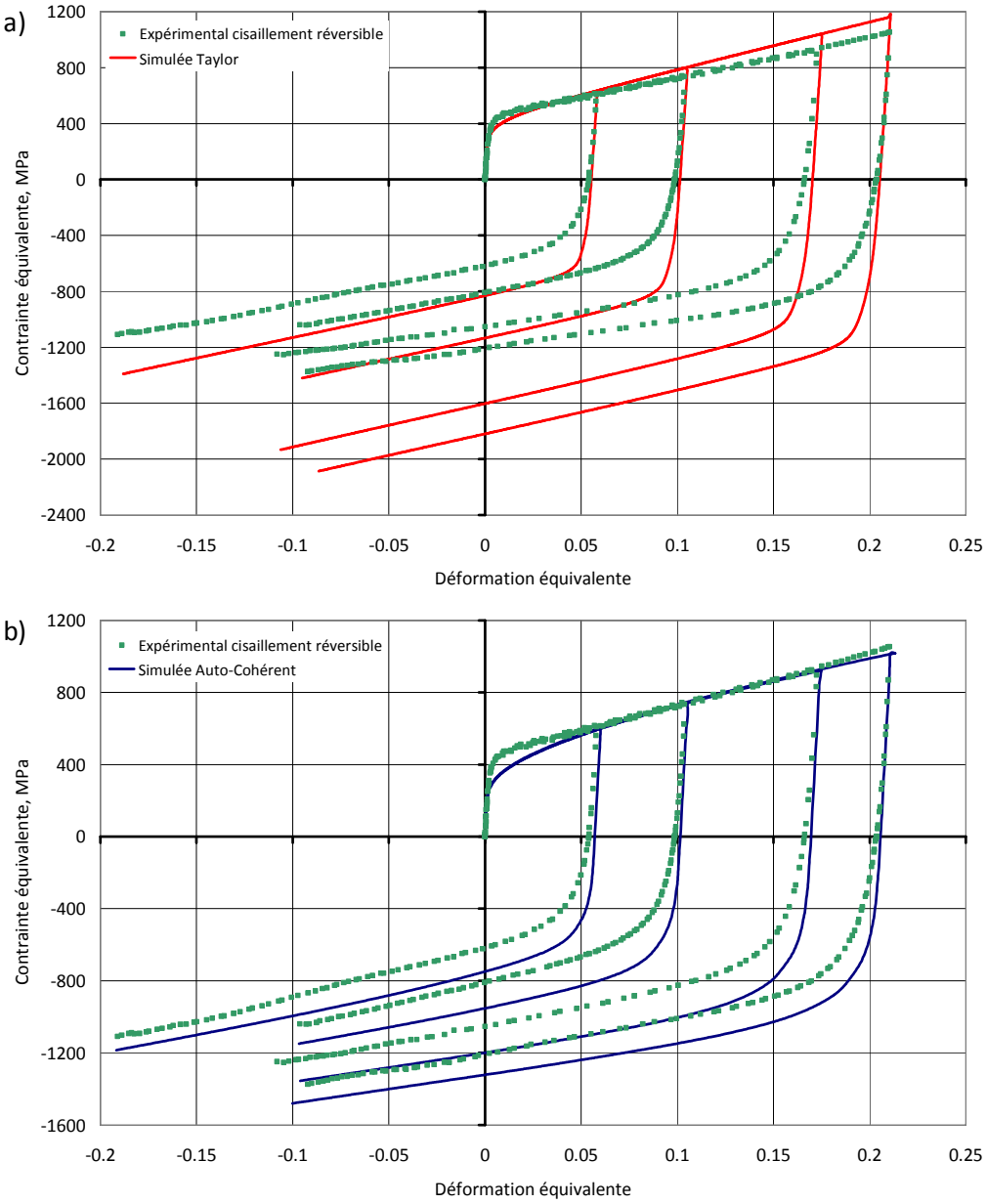


Figure 5.19 Courbes de cisaillement réversible suivant DL simulées avec les transitions d'échelle (a) de Taylor et (b) auto-cohérente.

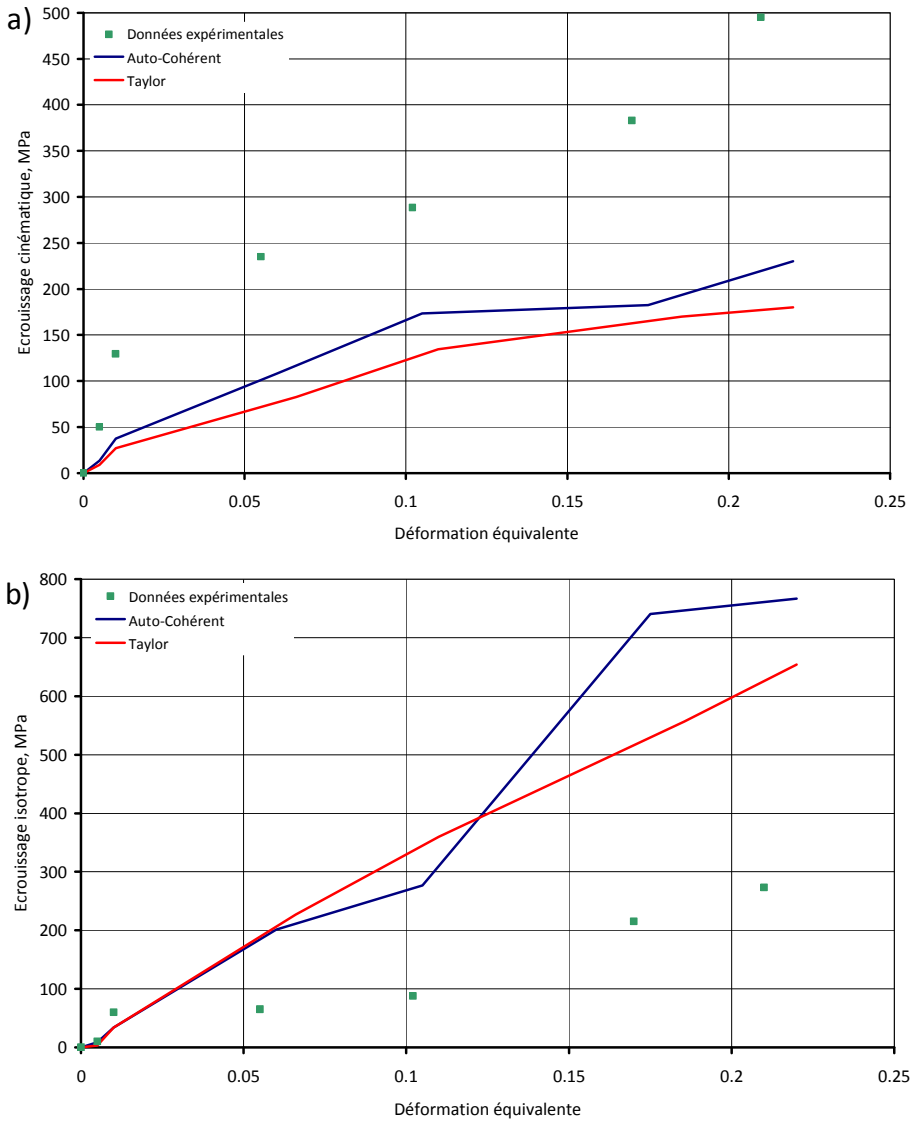


Figure 5.20 Evolutions expérimentales et simulées, en fonction de la pré-déformation, des deux contributions à l'écrouissage (a) cinématique (b) isotrope.

6.1.2 Analyse des évolutions microstructurales simulées

Les textures de déformation simulées dans le cas du cisaillement réversible sont en bon accord avec les textures expérimentales. Deux exemples sont donnés Figures 5.21 et 5.22, correspondant respectivement à des déformations équivalentes de +0.06 / -0.2 et +0.11 / -0.11 (essais 1 et 3 du chapitre 4). Les positions des densités d'orientations calculées à proximité des composantes principales de déformation A_1*, C et A_2* sont bien retranscrites. De plus, les rapports des intensités de chaque composante sont bien respectés : la densité dans le voisinage de A_2* est la plus intense, suivie par celles de A_1* et C. De la même manière que pour le cisaillement monotone, le fait de ne pas prendre en compte la réorientation de la partie maclée du cristal conduit à une surestimation de la

densité dans le voisinage de A_2* et une sous-estimation de celle près de A_1*. A nouveau, l'acuité de texture est légèrement supérieure pour les textures simulées. Les indices de textures sont donnés dans les Figures 5.21 et 5.22.

Nous avons montré expérimentalement, à l'aide des cartographies EBSD, que pour une déformation cumulée égale l'activité de maclage, et donc la fraction de macles, est plus importante en cisaillement réversible que lors du trajet monotone. Les observations microstructurales et les calculs de facteurs d'orientation nous ont permis d'attribuer cet effet au changement de mécanisme de déformation actif de chaque composante principale. Les grains de la composante A_2* se déformant uniquement par glissement plastique lors du trajet monotone, sont favorablement orientés au trajet retour pour macler, accélérant ainsi l'activité de maclage. Ce résultat expérimental n'est pas correctement reproduit par la modélisation. L'évolution des fractions de macles simulées lors du cisaillement réversible pour différents taux de pré-déformation sont présentées Figures 5.23a pour la transition de Taylor et 5.23b pour le modèle auto-cohérent. Dans les deux cas, et quelle que soit l'importance de la pré-déformation, on observe un ralentissement de l'évolution de la fraction de macles. A 0.3 de déformation équivalente en trajet monotone, les fractions de macles simulées sont de 0.077 avec la transition de Taylor et de 0.048 avec le modèle auto-cohérent. Ces fractions sont respectivement de 0.06 et de 0.035 lors du cisaillement réversible pour le même niveau de déformation cumulée.

Une des explications possibles de cette différence est la mauvaise répartition des contraintes internes, Figure 5.20. En effet, le modèle sous-estime fortement la contribution cinématique à l'écrouissage, encore appelée « back-stress ». Comme cela a été vu dans le chapitre 4, cette contrainte est résistive lors du trajet monotone mais facilite la déformation lors du trajet retour. La limite d'écoulement plus faible lors du trajet réversible est en partie liée à la valeur de cette contrainte. Comme cela a été analysé par Karaman [KAR01], la contrainte de « back-stress » permet d'atteindre plus facilement les cissions critiques de glissement et de maclage. Les grains dont les orientations appartiennent à la composante A_2*, donc favorablement orientés pour macler lors du trajet retour, vont dès lors pouvoir macler plus facilement.

Cette analyse montre que certaines améliorations du modèle sont nécessaires pour les simulations en cisaillement réversible. Bien qu'avec l'approche auto-cohérente la courbe macroscopique contrainte-déformation (Figure 5.19) et la texture soient mieux approximées qu'avec l'approche de Taylor (Figure 5.21 et 5.22), la mauvaise répartition des contraintes internes (surestimation de l'écrouissage isotrope Figure 5.20) provoque une diminution de l'activité simulée de maclage qui n'est pas observée expérimentalement.

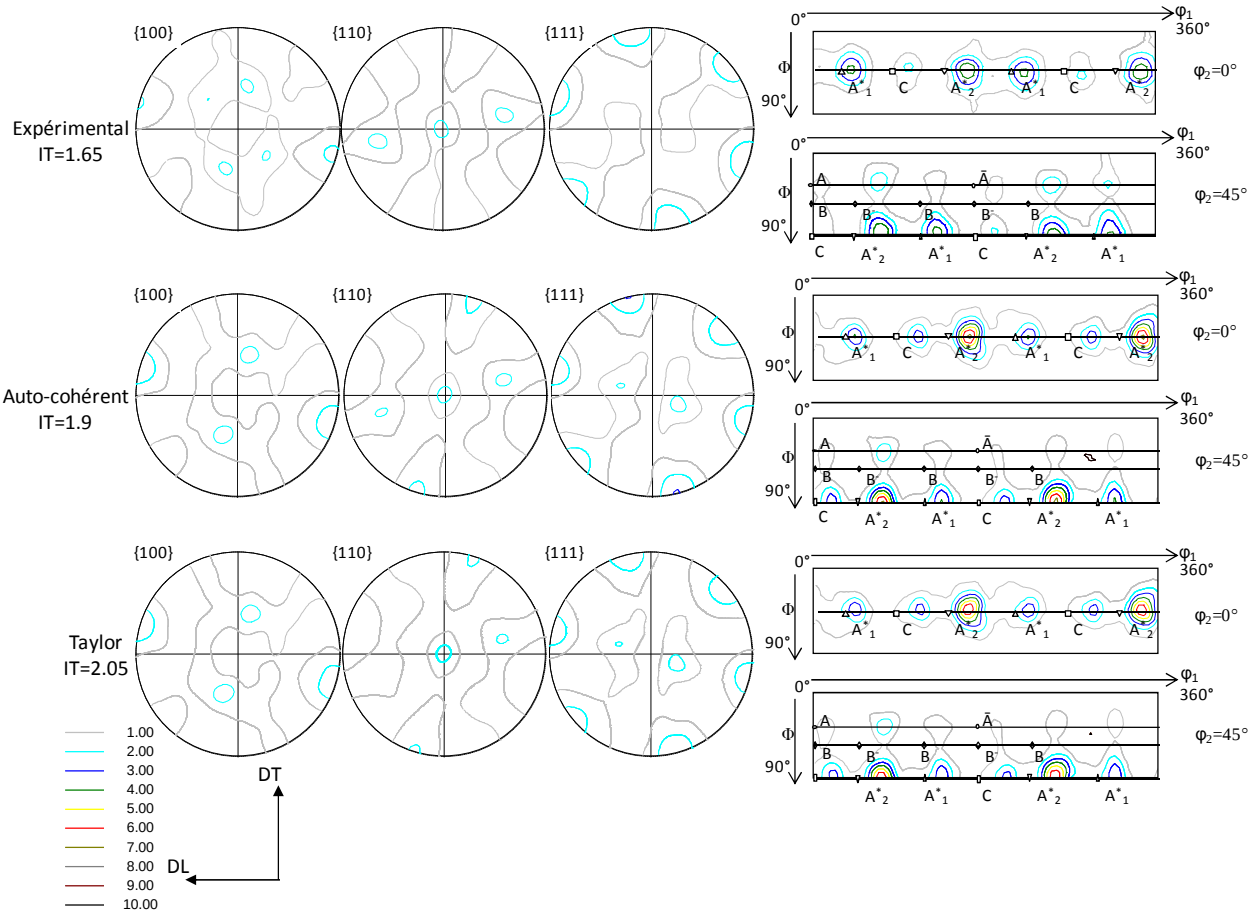


Figure 5.21 Textures expérimentale et simulées lors d'un essai de cisaillement réversible à +0.06 / -0.2 de déformation équivalente.

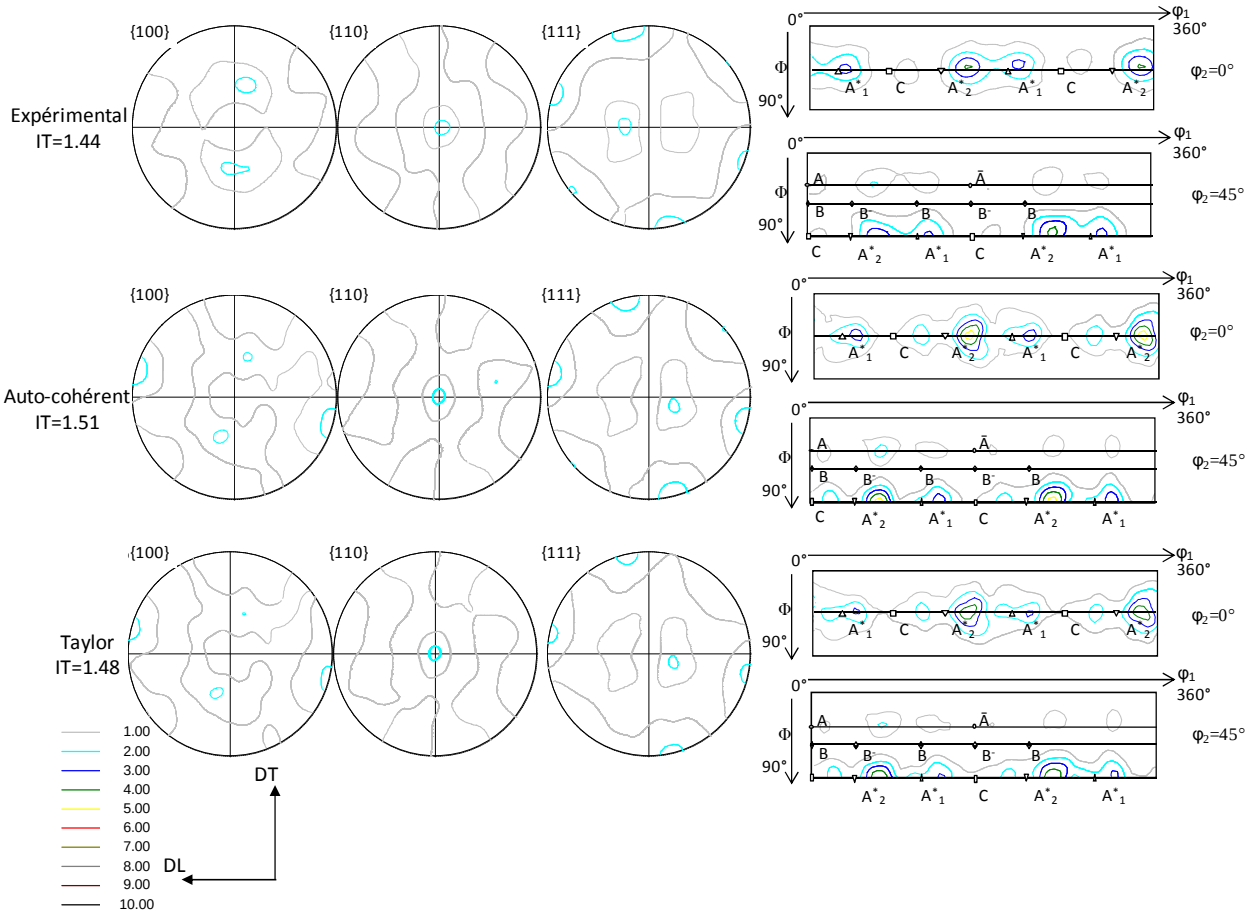


Figure 5.22 Textures expérimentale et simulées lors d'un essai de cisaillement réversible à +0.11 / -0.11 de déformation équivalente.

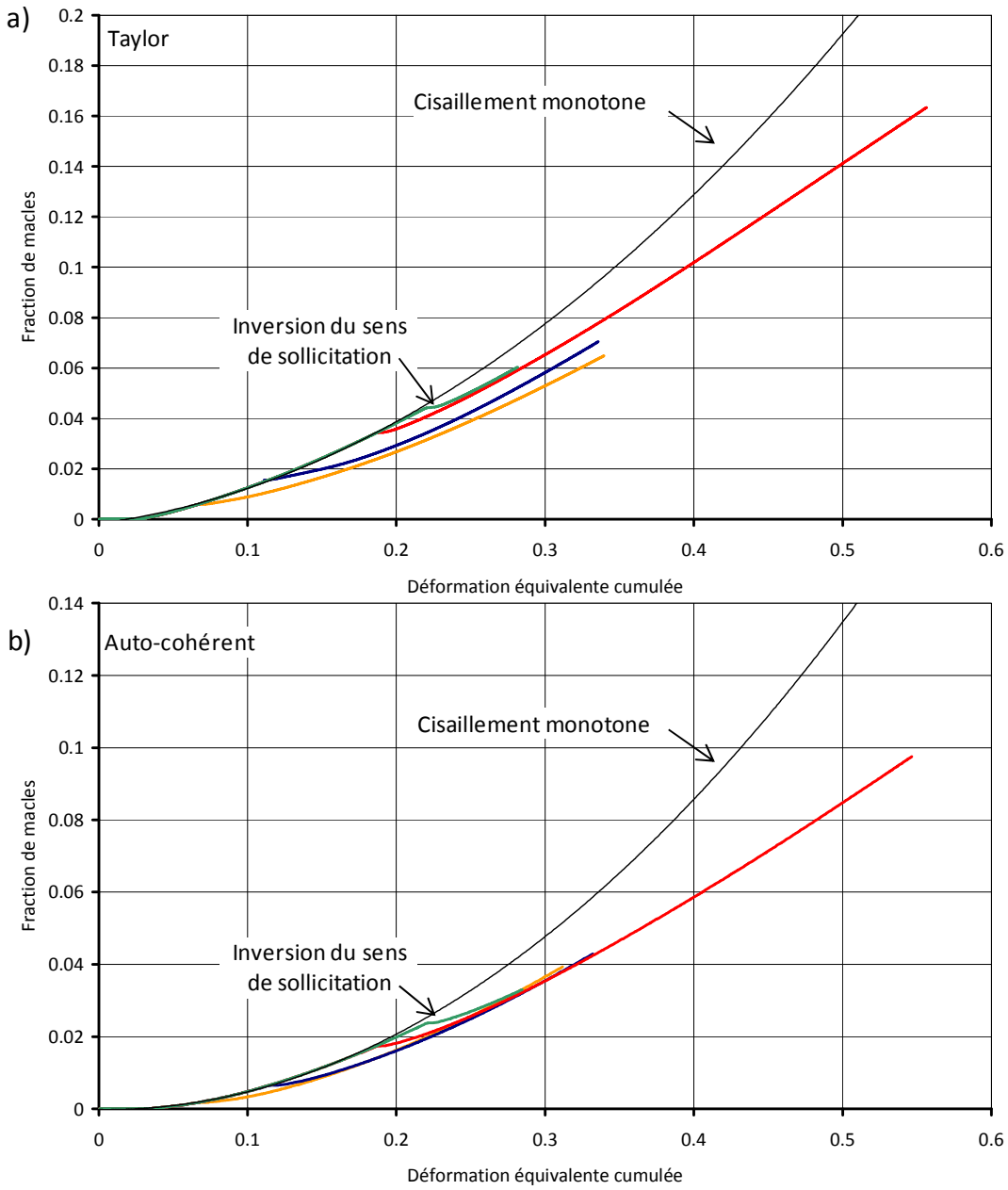


Figure 5.23 Evolutions des fractions de macles pour différents taux de pré-déformation en cisaillement réversible simulées avec les transitions d'échelle (a) de Taylor et (b) auto-cohérente.

6.2 Changement de trajet orthogonal – traction plane / cisaillement

Les résultats de la simulation du changement de trajet orthogonal dans le cas de l'approche auto-cohérente sont présentés Figure 5.24 pour le comportement mécanique et Figure 5.25 pour l'évolution de la fraction maclée. Les paramètres utilisés sont les mêmes qu'en traction DL.

La courbe déformation / contrainte du premier trajet de déformation est simulée de manière satisfaisante. Toutefois, comme nous avons déjà pu le constater, les premières étapes de déformation ne sont pas parfaitement retranscrites en contrainte mais au-delà de 0.05 de déformation, la courbe de traction plane simulée se confond pratiquement avec la courbe expérimentale. Pour le second trajet de chargement, en cisaillement monotone, le modèle fournit une courbe qui s'écarte de la courbe expérimentale. Tout d'abord, le comportement du matériau à la recharge n'est pas correctement simulé. La limite élastique déduite de la simulation est très faible par rapport à celle de la courbe expérimentale. Dans la progression de la déformation, ni la forme de la courbe expérimentale de comportement ni l'adoucissement ne sont correctement retranscrits par la courbe simulée. La pente d'écrouissage de la courbe simulée est d'une part très importante, mais son évolution ne correspond pas à l'observation expérimentale, alors que dans le cas du cisaillement réversible, bien que la contrainte d'écoulement soit surestimée (Figure 5.19b), la pente d'écrouissage simulée concorde avec la pente mesurée. Avec l'augmentation de la déformation, la courbe simulée correspondant au second trajet s'éloigne de plus en plus de la courbe expérimentale.

L'évolution de la fraction simulée de macles au cours de ce changement de trajet orthogonal est décrite Figure 5.25. Pour la traction plane, l'évolution de la fraction simulée est assez conforme avec les observations expérimentales et des résultats simulés précédemment. A 0.15 de déformation, le modèle prédit une fraction de 0.023. Durant le second chargement en cisaillement monotone, une accélération de la fraction simulée de macles apparaît pour aboutir à une valeur de 0.1 à 0.31 de déformation. Ce résultat semble également en bon accord avec les observations microstructurales (chapitre 3).

La fraction de macles semble donc être correctement simulée. L'accélération de l'activité de maclage prédite par le modèle va de pair avec comportement mécanique simulé spécifique pendant le second trajet de déformation. Or, nous observons expérimentalement un adoucissement du comportement mécanique durant le second trajet de déformation, qui n'est pas reproduit par la simulation. Le mécanisme responsable de cet adoucissement semble négligé dans le modèle. Ainsi la prise en compte du maclage seul en tant que mécanisme d'écrouissage (effet TWIP) ne conduit pas à une bonne description du comportement mécanique lors de sollicitations complexes.

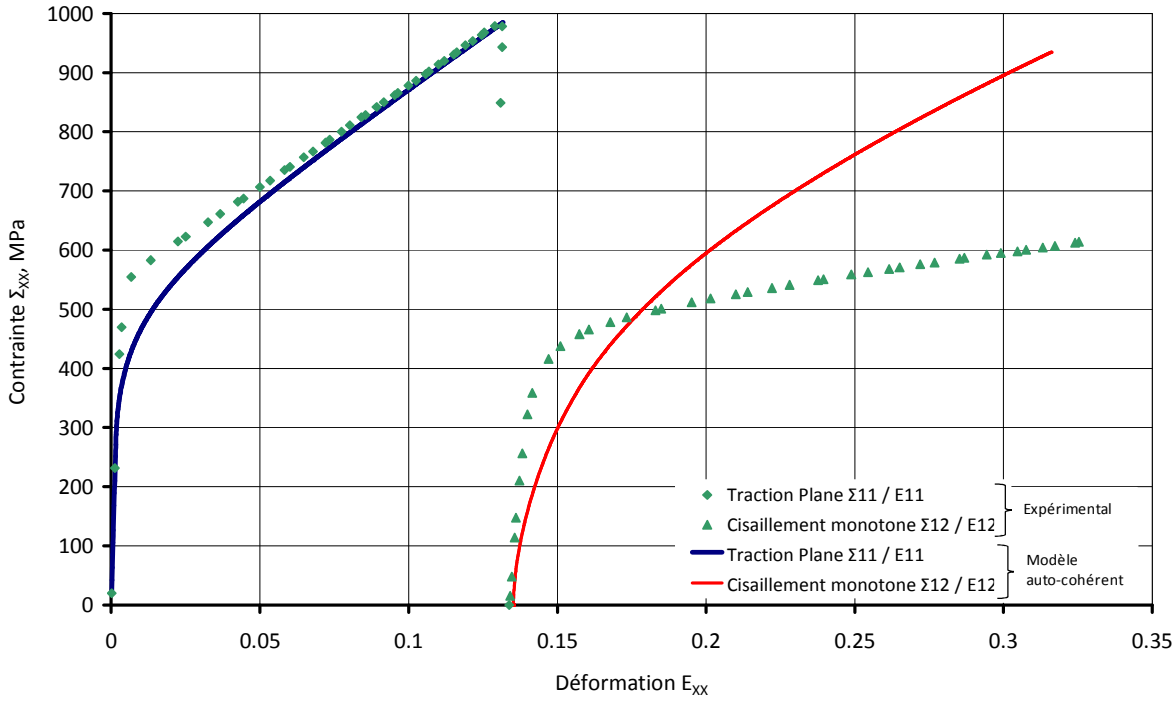


Figure 5.24 Courbes de changement de trajet orthogonal traction plane / cisaillement monotone simulées selon l'approche auto-cohérente.

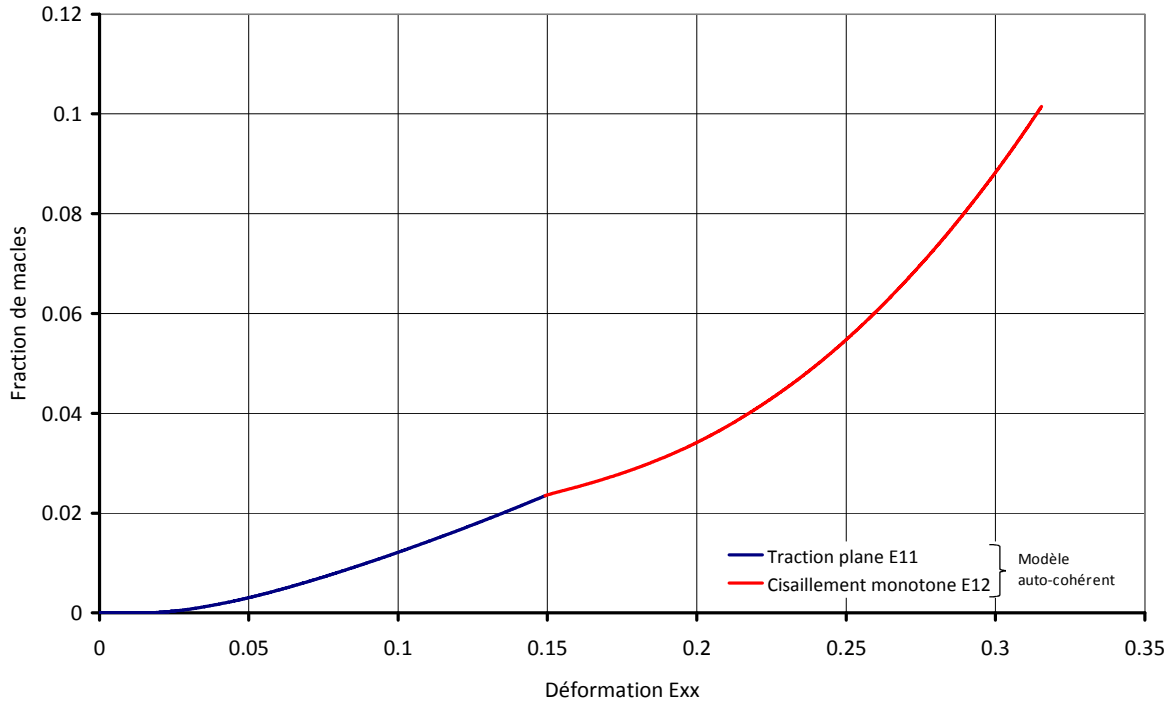


Figure 5.25 Evolution de la fraction de macles simulée au cours du changement de trajet orthogonal traction plane / cisaillement selon l'approche auto-cohérente.

7. Perspectives et conclusions sur l'approche de modélisation développée

La simulation des trajets complexes de déformation a mis en évidence les limitations actuelles du modèle utilisé, notamment dans la prise en compte de l'écrouissage cinématique. Nous présentons dans cette dernière partie quelques propositions pour améliorer le modèle existant, afin de décrire de manière plus performante le comportement de l'acier Fe-22Mn-0.6C lors de sollicitations complexes.

Il est important de préciser que cette partie du travail est en cours de développement. Il s'agit ici de présenter les grandes lignes du travail d'amélioration qui a été entrepris, et non de décrire des résultats définitifs. Des hypothèses simplificatrices ont souvent été utilisées afin de valider l'approche globale, et les simulations présentées ont été réalisées sur des volumes élémentaires représentatifs réduits.

7.1 Formulation de l'écrouissage cinématique

Une des possibilités envisagée réside dans la prise en compte d'une contrainte de retour, le « back-stress », induisant le fort écrouissage cinématique observé expérimentalement. Pour ce faire, nous utilisons l'approche développée par Brown et Clarke [BRO75] et mis en œuvre par Karaman et al. [KAR01] dans le cas de la déformation par maclage des aciers Hadfield. La macle est alors considérée comme une inhomogénéité au sein d'une matrice, ici le grain austénitique. Le maclage contribue au « back-stress » en créant des empilements de dislocations à l'interface macle / matrice austénitique. Dans un premier temps, cette approche est simplifiée. Le volume de macles de chaque système actif est ramené à un volume total sur l'ensemble du grain. L'expression du back-stress est alors :

$$\tau_{back} = 2\kappa\mu f(1-\beta)\bar{\varepsilon}^{vp} \qquad 5.16$$

La contrainte de retour évolue donc avec la déformation viscoplastique $\bar{\varepsilon}^{vp}$ et la fraction de macles f. Le terme κ est un facteur d'accommodation, μ est le module de cisaillement du matériau à température ambiante et β dépend de la forme de l'inclusion considérée. La cission effective prenant en compte cette nouvelle contribution s'écrit alors :

$$\tau_{eff} = \tau_r^{(g)} - \tau_{back} \qquad 5.17$$

Les premiers résultats obtenus avec cette approche sont présentés Figure 5.26. La simulation réalisée utilise la transition d'échelle auto-cohérente, et ne fait appel qu'à un volume élémentaire représentatif de 100 grains. La prise en compte d'une contrainte de « back-stress » sur le trajet retour donne une contrainte simulée d'écoulement plus faible.

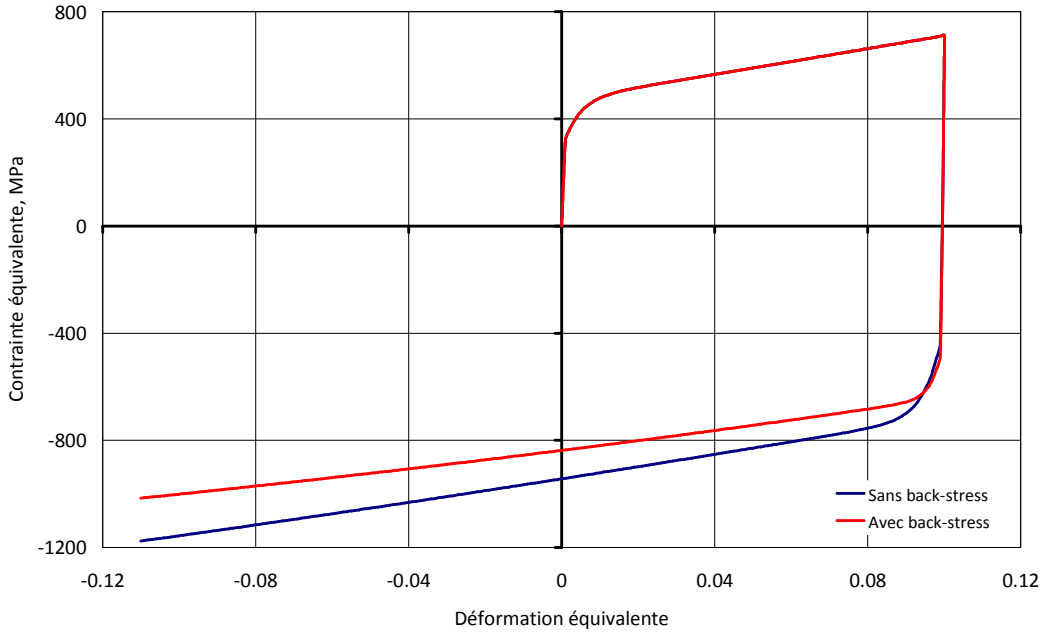


Figure 5.26 Simulation du cisaillement réversible avec le modèle auto-cohérent avec et sans back-stress.

Cette approche permet donc d'obtenir une meilleure simulation de la courbe macroscopique déformation / contrainte et montre une possibilité d'amélioration du modèle initial en tenant compte de la contrainte de « back-stress ». Néanmoins, une amélioration de sa formulation est nécessaire. Plus particulièrement, il semble nécessaire de considérer indépendamment la fraction de macles de chaque système dans un même grain, et de tenir compte au mieux de la coplanarité entre systèmes de glissement et de maclage, afin de déterminer la contrainte de « back-stress » spécifique à chaque système actif.

7.2 Perspectives d'évolution de la modélisation

Une autre amélioration possible est la prise en compte de l'effet de la taille de grain. Le modèle actuel considère des grains de tailles identiques. Or nous avons vu d'une part que la microstructure est très hétérogène en termes de taille de grains, et d'autre part que la taille est un critère très important dans l'activation des mécanismes de déformation. Nous avons en effet mis en évidence que ce critère de taille est plus prépondérant que celui d'orientation pour l'activation du maclage aux faibles de taux de déformation. De plus, Berbenni et al. [BER07] ont montré que la taille de grains et sa dispersion jouent un rôle très important sur la contrainte d'écoulement du matériau et sur les hétérogénéités de déformation plastique, notamment pour les matériaux à petits grains.

Une première approche permettant de décrire l'effet de la taille grain sur les mécanismes d'écrouissage des aciers à effet TWIP a été proposée par Bouaziz et al. [BOU08].

Elle est basée sur un modèle dit de 'Mecking-Kocks-Estrin' [MEC81][EST84] modifié décrivant l'effet de la taille de grain sur l'effet Bauschinger [SIN06]. Cette modélisation permet de tenir compte du stockage de dislocations sur les joints de grains et de macles et de leur saturation, dans le but de fournir une description pertinente de l'évolution des contributions cinématique et isotrope à l'écrouissage. Appliqué à un essai de traction uni-axiale, ce modèle permet d'obtenir une bonne description de la courbe macroscopique et de l'évolution de l'écrouissage cinématique (Figure 5.27).

Ce modèle a alors été utilisé pour simuler les essais de cisaillement réversible. L'objectif est de vérifier si une meilleure prise en compte de la répartition de l'écrouissage cinématique et isotrope permet de simuler avec succès le trajet réversible et d'obtenir une meilleure estimation de l'effet Bauschinger. Les courbes macroscopiques simulées, présentées Figure 5.28, ne permettent pas néanmoins d'obtenir une meilleure description des essais expérimentaux par rapport aux résultats présentés Figure 5.19. Le modèle sous-estime l'effet Bauschinger et surestime la contrainte d'écoulement.

La prise en compte d'une contrainte de back-stress liée à l'empilement de dislocations sur les joints de macles ne permet donc pas à elle seule de reproduire la courbe macroscopique en cisaillement réversible. L'effet Bauschinger et l'adoucissement observé expérimentalement sont toujours sous-estimés. Les modèles utilisés ne fournissement donc pas une description complète des mécanismes mis en jeu dans la déformation de l'acier Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP. D'autres voies de travail sont dès lors à envisager pour améliorer cette description.

Une autre possibilité d'amélioration réside dans la traduction plus précise du mécanisme de glissement des dislocations et de son effet sur le comportement mécanique. Cette voie d'amélioration à déjà permis de décrire avec succès le comportement mécanique lors de changements de trajets de matériaux à fcc à forte énergie de faute d'empilement, tel que l'aluminium [HOL08], ou dans le cas de matériaux de structure cristalline cubique centrée [HOC01][PEE01][VAN03]. Des travaux récents [TAU08a et 08b] ont permis de mettre en lumière le rôle prépondérant de l'hétérogénéité de la distribution de densités de dislocations sur le comportement mécanique de matériaux polycristallins lors de déformations réversibles. Cette approche nous permettrait dès lors d'envisager la prise en compte de mécanismes observés expérimentalement et non décrit dans la modélisation présentée. Il s'agit de la création de sous-joints de fortes désorientations conduisant à la fragmentation des grains et de l'apparition et du développement de zones de localisation de la déformation, interprétées comme des zones de concentrations des dislocations. Ces deux mécanismes sont en effet principalement liés au glissement des dislocations. Nous avons montré qu'en traction, ces deux phénomènes conduisent à une chute de l'écrouissage. De plus, les analyses EBSD ont mis en évidence la multiplication des zones de localisation de la déformation lors de trajets de déformation réversible. Néanmoins, la description physique et

mathématique des ces phénomènes est très complexe, et nécessite avant tout d'en améliorer la compréhension sur la base d'observations expérimentales.

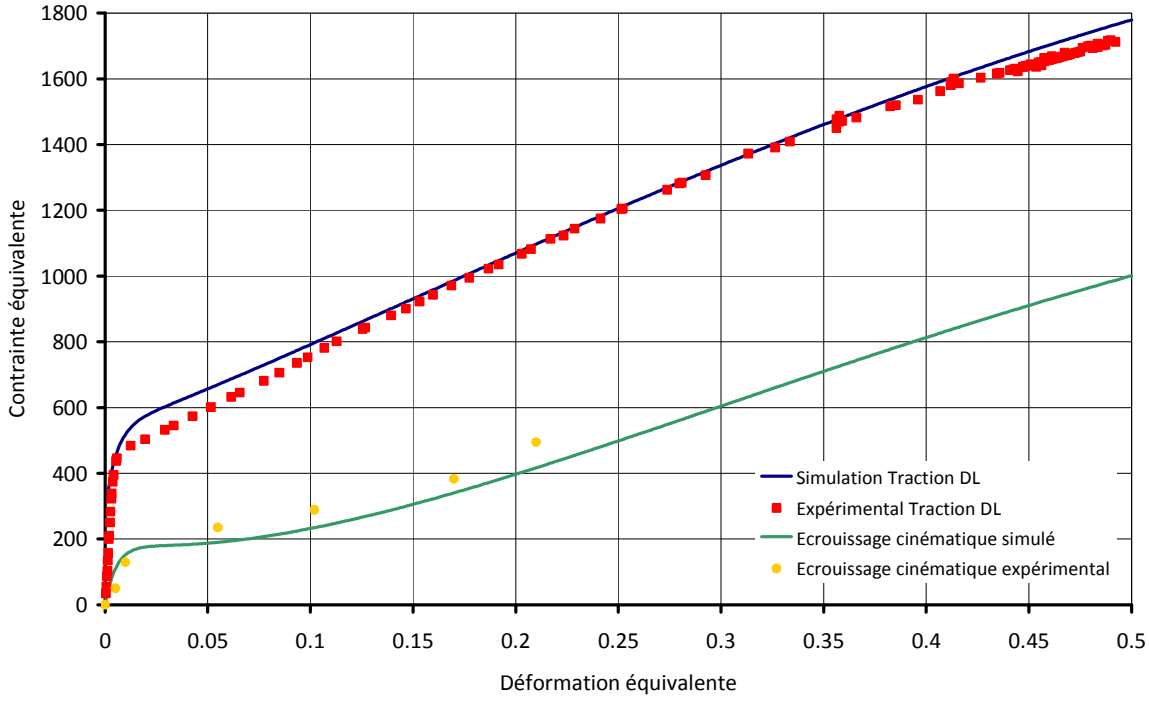


Figure 5.27 Simulation de l'essai de traction uni-axial et de l'évolution de l'écrouissage cinématique avec le modèle proposé par Bouaziz et al. [BOU08].

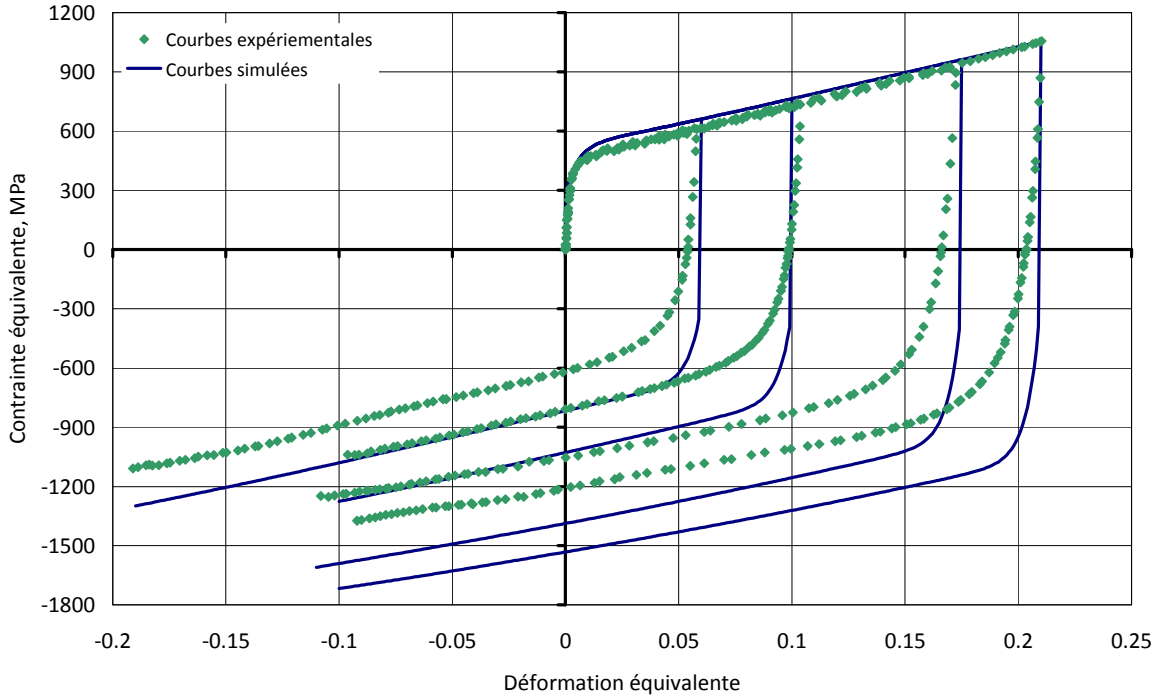


Figure 5.28 Simulation des essais de cisaillement réversible avec le modèle proposé par Bouaziz et al. [BOU08].

8. Conclusion

Nous avons utilisé un modèle micromécanique élasto-viscoplastique à transition d'échelles pour simuler le comportement mécanique, les évolutions de textures et de microstructures de l'acier austénitique Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP lors de différentes sollicitations.

A partir d'une seule identification du jeu de paramètres, le modèle est capable de décrire les différents trajets monotones de déformation en conformité avec l'expérience : la traction uni-axiale suivant les axes DL et DT et le cisaillement suivant l'axe DL. Le comportement mécanique du matériau ainsi que les évolutions de textures expérimentales sont bien reproduites. Les différences dans l'activité de maclage induites lors des différents essais, principalement par un effet de texture, sont très bien reproduites.

La simulation des trajets complexes de déformation (cisaillement réversible, changement de trajet dur traction plane / cisaillement) a mis en évidence les limitations actuelles du modèle dans la prévision du comportement mécanique d'un acier à effet TWIP. Même si le modèle conduit à une simulation satisfaisante des textures de déformation en cisaillement réversible, le comportement mécanique expérimental n'est plus décrit correctement, l'effet Bauschinger étant toujours sous-estimé. Nous avons mis en lumière dans un premier temps une des causes possibles de ce désaccord : la mauvaise répartition des contributions cinématique et isotrope à l'écrouissage total. L'écrouissage cinématique est en effet sous-estimé tandis que l'écrouissage isotrope est surestimé.

Nous pensons que l'introduction d'un « back-stress » permettrait d'améliorer la prévision de la réponse macroscopique en cisaillement réversible, sans pour autant être suffisante en soi. La distribution de la taille de grain ou de l'hétérogénéité de la distribution de densités de dislocations, joue sans doute un rôle important sur les mécanismes de déformation et d'écrouissage du matériau lors de trajets de déformation complexe. Bien que les lois locales aient été validées pour des trajets de déformation monotone, d'autres mécanismes sont à prendre en compte, mécanismes que nous ne maîtrisons pas à l'heure actuelle.

9. Références bibliographiques

[ALL04a] Allain S., Chateau J. P., Dahmoun D., Bouaziz O., Modelling of mechanical twinning in a high manganese content austenitic steel, Materials Science and Engineering A, 387-389, p.272-276 (2004)

[ALL04b] Allain S., Chateau J.P. and Bouaziz O., A physical model of the twinning-induced plasticity effect in a high manganese austenitic steel, Materials Science and Engineering A, 387-389, p.143-147 (2004)

[ALL04c] Allain S., Caractérisation et modélisation thermomécaniques multi-échelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse – Application à l'effet TWIP, thèse de l'INPL (2004)

[BER04] Berbenni S., Favier V., Lemoine X., Berveiller M., Micromechanical modelling of the elastic-viscoplastic behaviour of polycrystalline steels having different microstructures, Materials Science and Engineering A, 372 1-2, p.128-136 (2004)

[BER07] Berbenni S., Favier V., Berveiller M., Micro–macro modelling of the effects of the grain size distribution on the plastic flow stress of heterogeneous materials, Computational Materials Science, 39-1, p.96-105 (2007)

[BOU08] Bouaziz O., Allain S., Scott C., Effect of grain and twin boundaries on the hardening mechanisms of twinning-induced plasticity steels, Scripta Materialia, 58-6, p.484-487 (2008)

[BRO75] Brown L.M., Clarke D.R., Work hardening due to internal stresses in composite materials, Acta Metallurgica, 23, p.821-830 (1975]

[BUN82] Bunge H.J., Texture analysis in material science. Butterworth Publ. London. (1982)

[CHE03] Cherkaoui M., Constitutive equations for twinning and slip in low stacking fault energy metals a crystal plasticity-type model for moderate strains, Philosophical Magazine, 83, p.3945-3958 (2003)

[EST84] Estrin Y., Mecking H., A unified phenomenological description of work hardening and creep based on one-parameter models, Acta Metallurgica, 32-

1, p57–70 (1984)

[FAV03] Favier V., Sabar H., Berveiller M., Berbenni S., New self-consistent approach for inelastic materials based on translated fields, Journal de Physique IV, 105, p.231-238 (2003)

[FRA85] Franciosi P., The concepts of latent hardening and strain hardening in metallic single crystals, Acta Metallurgica, 33-9, p.1601-1612 (1985)

[FRO82] Frost H.J., Ashby M.F., Deformation Mechanism Maps, the plasticity and creep of metals and ceramics, Pergamon Press, Oxford, UK (1982)

[HOC01] Hoc T., Forest S., Polycrystal modelling of IF-Ti steel under complex loading path, International Journal of Plasticity, 17, p.65-85 (2008)

[HOL08] Holmedal B., Van Houtte P., An Y., A crystal plasticity model for strain-path changes in metals, International Journal of Plasticity, 24, p.1360-1379 (2008)

[KAL98a] Kalidindi S. R., Incorporation of deformation twinning in crystal plasticity models, Journal of the Mechanics and Physics of Solids, 46, p.267-290 (1998)

[KAL98b] Kalidindi S.R., Modeling the strain hardening response of low SFE FCC alloys, International Journal of Plasticity, 14, 1265–1277 (1998)

[KAL01] Kalidindi S.R., Modelling anisotropic strain hardening and deformation textures in low stacking fault energy fcc metals, International Journal of Plasticity, 17, p.837-860 (2001)

[KAR01] Karaman I, Sehitoglu H, Chumlyakov Y.I., Maier H.J., Kireeva I.V., The effect of twinning and slip on the Bauschinger effect of Hadfield steel single crystals, Metallurgical and Materials Transactions, 32A, p.695-706 (2001)

[KOK75] Kocks U.F., Argon A.S., Ashby M.F., Thermodynamics and kinetics of slip, Progress in materials science 19, Pergamon Press, Oxford, UK (1975)

[KOK03] Kocks U.F, Mecking H., Physics and phenomenology of strain hardening: the FCC case, Progress in Materials Science, 48, p.171-273 (2003)

[LEQ87] Lequeu P., Gilormini P., Montheillet F., Bacroix B., Jonas J.J, Yield surfaces for textured polycrystals. 1. Crystallographic approach, Acta Metallurgica, 35-2, p.439-451 (1987)

[MEC81] Mecking H., Kocks U.F., Kinetics of flow and strain hardening, Acta Metallurgica, 29-11, p.1865-1875 (1981)

[PEE01] Peeters B., Seefeldt M., Teodosiu C., Kalidini S.R., Van Houtte P., Aernoudt E., Work-hardening/softening behaviour of b.c.c. polycrystals during changing strain paths: I. An integrated model based on substructure and texture evolution, and its prediction of the stress–strain behaviour of an IF steel during two stage strain paths. Acta Materialia, 49, p.1607–1619 (2001)

[PRO07] Proust G., Tomé C.N., Kaschner G., Modeling texture, twinning and hardening evolution during deformation of hexagonal materials, Acta Materialia, 55-6, p.2137-2148 (2007)

[SAB02] Sabar H., Berveiller M., Favier V., Berbenni S., A new Class of Micro-Macro Models for elastic-viscoplastic heterogeneous Materials, International Journal of Solids and Structures, 39, p.3257–3276 (2002)

[SIN06] Sinclair C.W., W.J. Poole, Bréchet Y., A model for the grain size dependant work hardening of copper, Scripta Materialia, 55-8, p.739-742 (2006)

[SHI07] SHIEKHELSOUK M.N., Modélisation polycristalline et étude expérimentale du comportement mécanique d'aciers Fe-Mn à effet TWIP. Prise en compte du traitement thermique d'élaboration sur le maclage et les contraintes internes, Thèse de l'Université Paul Verlaine de Metz (2007)

[SHI09] Shiekhelsouk M.N., Favier V., Inal K., Cherkaoui M., Modelling the behaviour of polycrystalline austenitic steel with twinning-induced plasticity effect, International Journal of Plasticity, 25-1, p.105-133 (2009)

[TAU08a] Taupin V., Richeton T., Chevy J., Fressengeas C., Weiss J., Louchet F., Miguel M.C., Rearrangement of dislocation structures in the aging of ice single crystals, Acta Materialia, 56, p.1555–1563 (2008)

[TAU08b] Taupin V., Varadhan S., Fressengeas C., Beaudoin A.J. Directionality of yield point in strain-aged steels: The role of polar dislocations, Acta Materialia, 56, p.3002–3010 (2008)

[TAY38] Taylor G.I., Plastic strain in metals, Journal of the Institute of Metals, 62, p.307-324 (1938)

[TOM85] Tomé C.N., Kocks U.F., The yield surface of HCP crystals, Acta Metallurgica, 33-4, p.603-621 (1985)

[VAN03] Van Houtte P., Peeters B., Multiscale modelling of the induced plastic anisotropy of IF steel during sheet metal forming, Proceedings of the International Conference on Thermomechanical Processing: Mechanics, Microstructure and Control, Sheffield, p. 70–78 (2003)

Conclusion générale et perspectives

Conclusion

L'étude présentée dans ce manuscrit porte sur le comportement mécanique à température ambiante de l'acier austénitique Fe-22Mn-0.6C à effet TWIP (TWinning Induced Plasticity) en lien avec les évolutions de microstructures et de textures.

Plus précisément nous avons étudié en détail le comportement mécanique d'une nuance industrielle à petits grains (taille moyenne 2,6µm) sollicitée suivant différents trajets de déformation observés lors de la mise en forme des tôles (traction, cisaillement simple et réversible, changements de trajet orthogonaux-réversible-dur).

Nous avons porté une attention particulière à la caractérisation fine de la microstructure de maclage au cours de la déformation en interaction avec l'évolution de texture. De plus, nous avons examiné l'évolution de l'écrouissage du matériau au cours de la déformation en relation avec l'activation progressive du maclage. Enfin, nous avons réalisé des simulations du comportement mécanique de l'acier, en insérant les paramètres microstructuraux déduits de nos mesures, dans un modèle micromécanique incorporant l'effet TWIP.

- **Techniques de caractérisation mises en œuvre**

La caractérisation des évolutions de microstructures a été menée à l'aide de trois techniques complémentaires :

- La diffraction de rayons X a été mise en œuvre pour la détermination de la texture macroscopique. Pour les éprouvettes n'offrant qu'une zone utile de petite taille (cas du cisaillement), nous avons combiné deux géométries de mesure des figures de pôles : géométrie de Bragg-Brentano et géométrie à angle d'incidence réel constant.

- La microscopie électronique à transmission a été couplée à l'acquisition de cartographie d'orientations pour une analyse microstructurale à l'échelle des dislocations. Nous avons ainsi pu révéler la formation de macles de 10 à 30nm d'épaisseur dès les premiers stades de la déformation tout comme la genèse d'un important gradient d'orientations intragranulaires. Avec l'augmentation de la déformation et de l'activité de maclage, les macles restent de taille nanométrique et ne s'épaississent pas significativement. Par contre, elles se regroupent au sein de faisceaux. Ces faisceaux s'élargissent et deviennent de plus en plus denses en macles.

- La microscopie électronique à balayage haute résolution (MEB FEG) associée à l'EBSD a été utilisée pour déterminer les évolutions de microstructure et de texture locale à une échelle mésoscopique. La résolution spatiale de cette technique est d'environ 50nm pour les aciers, ce qui est supérieure à la taille des nano-macles. Par conséquent, l'orientation individuelle des macles n'a pas pu être déterminée de façon systématique lors de l'acquisition de cartographies d'orientations. Cependant, nous avons montré que la présence de ces macles est révélée par les variations de l'indice de qualité des clichés de Kikuchi. Ainsi, la cartographie de cet indice est particulièrement efficace pour révéler la microstructure de maclage. L'épaississement des faisceaux de macles avec

l'augmentation de la déformation permet finalement d'identifier les orientations générées par le maclage. La technique EBSD couplée au MEB-FEG s'est donc révélée être un outil très efficace et complémentaire au MET pour la caractérisation de la microstructure de maclage, même sur ce matériau à grains fins formant des macles de taille nanométrique.

- Enfin un paramètre important de la microstructure des aciers TWIP reste la fraction de macles générées lors de la déformation plastique. Ce paramètre est difficile à déterminer. Nous avons montré que la technique EBSD seule n'est pas adaptée pour ce type de détermination. Nous avons cependant tenté exploiter la complémentarité des résultats obtenus en DRX et en EBSD pour proposer une méthode d'estimation de la fraction de macles. Celle-ci est basée sur la différenciation des contributions des grains et des macles dans un domaine d'orientations données. Elle nous a permis d'estimer à 9% la fraction de macles générée lors d'un essai de traction suivant la direction transverse de la tôle. Même si cet ordre de grandeur semble cohérent avec de précédentes approches, la méthode n'est proposée qu'à titre exploratoire.

En s'appuyant sur ces outils d'investigation, ce travail de thèse a permis d'améliorer notre compréhension des microstructures de déformation de l'acier Fe-22Mn-0.6C et d'analyser l'influence de ces microstructures sur le comportement mécanique de l'acier. Plus précisément, les apports du travail concernent les points suivants :

- **L'évolution de la texture au cours de la déformation et son interaction avec l'activation des macles**

La traction uni-axiale et le cisaillement conduisent chacun à des textures de déformation différentes, mais classiquement observées pour chacun de ces trajets monotones. La traction uni-axiale (TU) renforce les deux fibres partielles <111>//TU (fibre majoritaire) et <100>//TU (fibre minoritaire). Le cisaillement conduit à des textures plus complexes avec le renforcement progressif des composantes A_1* et A_2* (fibre A - orientations de type {111}<uvw>) et de façon plus minoritaire de la composante C (fibre B - {hkl}<110>). Dans les deux cas, la fraction volumique de macles générées au cours de la déformation n'est pas suffisante pour modifier de manière prononcée la texture macroscopique. De plus, nous avons montré que les orientations générées par le maclage se superposent souvent aux orientations fortement dispersées générées par la déformation.

Par ailleurs, nous avons mis en évidence que l'évolution de texture influence l'activité de maclage. En effet, la formation de macles s'est avérée fortement dépendante du facteur d'orientation et donc de l'orientation cristalline par rapport à la direction de sollicitation macroscopique. Nous avons ainsi déterminé les domaines d'orientations en traction et en cisaillement favorisant préférentiellement l'un ou l'autre des mécanismes de déformation potentiel (le glissement de dislocations et le maclage). Les grains orientés suivant la fibre <110>//TU (fibre présente dans l'état initial mais non favorisée au cours de la déformation) et la fibre <111>//TU ont un facteur d'orientation favorable au maclage en traction. Dans le cas du cisaillement, il s'agit des grains orientés selon la composante A_1* ($\{111\}\langle\bar{1}\,\bar{1}\,2\rangle$). Ainsi, les deux modes de sollicitation augmentent progressivement la fraction de grains

favorablement orientés pour le maclage et favorisent ainsi l'activation de macles dans de nouveaux grains au cours de la déformation.

- **Analyse de la microstructure de maclage en fonction du mode de sollicitation**

Quel que soit le mode de sollicitation analysé, le maclage est actif très tôt dans la déformation. Néanmoins, ce sont les grains de tailles supérieures à 4µm, représentant environ 60% de la fraction surfacique, qui activent préférentiellement des macles au départ. Une déformation par traction uni-axiale et par cisaillement conduit cependant à des différences dans la microstructure de maclage. Nous avons montré en particulier que deux systèmes de maclage se développent dans la majorité des grains au cours d'une traction uni-axiale, alors qu'au cours du cisaillement un seul système se développe majoritairement. Ces variations de la microstructure de maclage sont liées aux textures de déformation, qui influencent directement la sélection des systèmes de maclage et de glissement actifs.

Nous avons également été attentifs au fait que conjointement à l'activité de maclage, de très fortes désorientations intragranulaires se développent rapidement au cours de la déformation, signe d'une activité de glissement plastique très intense. Avec l'augmentation de la déformation, ces désorientations intragranulaires conduisent à la formation de nombreux sous-joints, menant progressivement à la fragmentation de grains. De plus, des zones de très fortes accumulations de dislocations apparaissent dans la microstructure, interprétées comme de l'endommagement local, annonciateur de la rupture de l'échantillon.

- **Evolution de l'écrouissage en relation avec l'activité de maclage**

L'acier étudié présente des propriétés mécaniques remarquables (par exemple en traction A%>60%, Rm>1000MPa) grâce à un écrouissage qui est maintenu élevé sur une large plage de déformation.

D'une manière générale, le maclage joue un rôle important sur l'écrouissage en constituant des obstacles forts au glissement des dislocations. L'augmentation de leur fraction volumique au cours de la déformation conduit à un effet Hall-Petch dynamique. Le type de trajet de déformation monotone (traction et cisaillement) conduit à des différences notables aux niveaux des évolutions microstructurales (fraction de macles, configuration des macles). Cependant, dans les deux cas, le maclage contribue efficacement au maintien de l'écrouissage à un niveau très élevé.

Néanmoins l'écrouissage évolue au cours de la déformation suivant différents stades correspondant à une succession d'augmentation et de diminution. Nous avons mis en évidence que ces différents stades d'écrouissage peuvent être liés à des évolutions caractéristiques de la microstructure de maclage. Ainsi l'activation des premières macles produit une augmentation de l'écrouissage comme le résultat de la forte interaction entre macles et dislocations. Avec l'accroissement de la déformation, le maintien de l'écrouissage à un niveau élevé est favorisé par l'augmentation de la fraction de macles selon des configurations plus ou moins complexes au sein des grains. La fraction de macles étant elle-même influencée par l'évolution de texture.

- **Influence du changement de trajet**

Par ailleurs, de fortes variations du comportement mécanique de l'acier Fe-22Mn-0.6-C ont été observées suivant le type de changement de trajet. En effet, en fonction de la pré-déformation imposée, le comportement en traction DL ou en cisaillement DL peut être soit identique, adouci ou durci par rapport à un matériau non pré-déformé.

Dans le cas des essais de cisaillement réversible, nous avons observé un adoucissement mécanique important au trajet retour, traduisant l'effet Bauschinger. Le couplage entre l'intense activité de glissement plastique et le maclage mécanique a été identifiée comme étant la source de cet effet Bauschinger, et donc de l'écrouissage cinématique, qui continue d'augmenter sur la plage de déformation étudiée (jusqu'à 0.21 de déformation équivalente). L'empilement des dislocations aux joints de grains et joints de macles crée des champs de contraintes locaux qui peuvent influencer de manière sensible le comportement au trajet retour en relaxant la contrainte de 'back-stress'.

- **Simulation du comportement mécanique de l'acier TWIP**

En parallèle de l'analyse du comportement mécanique de l'alliage Fe-22Mn-0.6C reposant sur un ensemble de faits expérimentaux, nous avons effectué des calculs prédictifs des comportements mécaniques, des cinétiques de maclage, et des évolutions de texture de cet alliage pour les différents trajets de chargement étudiés. Ces calculs reposent sur l'utilisation d'un modèle micromécanique élasto-viscoplastique à transition d'échelles incorporant l'effet TWIP et développé dans le cadre de la thèse de M.N. Shiekhelsouk. Dans ce modèle, chaque grain accommode la déformation par glissement des dislocations et maclage mécanique. L'effet du maclage sur l'écrouissage est pris en compte par la réduction du libre parcours moyen des dislocations.

Les simulations des trajets monotones de déformation (traction uni-axiale, cisaillement) sont en bon accord avec les résultats expérimentaux. A partir d'un jeu de paramètres, identifié lors de l'essai de traction uni-axiale DL, le modèle permet de bien reproduire le comportement mécanique, les évolutions de texture ainsi que la cinétique de maclage. Les variations de l'activité de maclage pour les différents essais mécaniques sont très bien reproduites.

Bien que les prévisions de trajets monotones soient satisfaisantes, le modèle ne permet pas de rendre compte correctement du comportement mécanique et des évolutions microstructurales (notamment la cinétique de maclage) lors de changements de trajets de déformation. Ces limitations actuelles sont principalement dues à la mauvaise prise en compte des contraintes internes. Le modèle prévoit en effet un écrouissage cinématique sous-estimé par rapport aux mesures expérimentales, tandis que l'écrouissage isotrope est surestimé.

Perspectives de travail

Différentes perspectives de travail sont envisagées afin d'élucider certaines questions apparues au cours de cette étude.

Sur le plan expérimental, une étude systématique au MET de la microstructure de déformation pourra être réalisée afin d'analyser plus en détail les différences induites par le trajet de déformation sur les mécanismes actifs. Ces analyses nous permettraient d'apporter des éléments supplémentaires à la réflexion que nous avons amorcée sur le comportement du matériau lors de changement de trajet.

Par ailleurs, ce travail s'est principalement intéressé à la contribution du maclage à l'écrouissage du matériau, et de son influence sur l'évolution de texture. Or, d'autres effets peuvent contribuer à l'écrouissage de ce matériau, comme nous avons pu le mettre en évidence dans le chapitre 1 : le vieillissement dynamique et le carbone en solution solide. Il serait donc intéressant de distinguer les contributions respectives à l'écrouissage total de ces différents mécanismes. Pour ce faire, on peut envisager des variations de la composition chimique de base de l'alliage (ajout ou substitution de carbone) afin de favoriser indépendamment chaque mécanisme.

Nous avons également envisagé certaines pistes d'amélioration du modèle présenté, notamment afin de mieux prendre en compte les contraintes internes. Un travail a déjà été amorcé sur l'introduction d'une contrainte de 'back-stress', qui permettrait de mieux prévoir la répartition des composantes isotrope et cinématique de l'écrouissage. L'amélioration des prévisions passe également par une description plus précise des densités de dislocations et de leurs évolutions sur chaque système de glissement.

- ANNEXES -

- ANNEXE A -

Combinaison de deux géométries de mesures en diffraction de rayons X pour la détermination de la texture d'échantillons cisaillés de faibles dimensions

1. DEFINITION DES GEOMETRIES DE MESURE 239

1.1. Géométrie classique de Schulz 240

1.2. Géométrie à angle d'incidence réel constant 242

2. VALIDATION DE LA METHODE 243

3. APPLICATION DE LA METHODE AUX ECHANTILLONS CISAILLES 244

4. REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES 248

Les essais de cisaillement réalisés sur des matériaux se présentant sous la forme de tôles utilisent des échantillons dont la largeur de la zone utile n'est que de quelques millimètres (3 à 3.5mm dans le cas présent). Cette taille réduite conduit à des difficultés de mesure et d'analyse de la texture macroscopique.

En effet, des limitations de mesure apparaissent lorsque la texture d'échantillons de petites tailles (*i.e.* des échantillons ayant une petite zone utile) est étudiée dans des conditions classiques de mesure en diffraction de rayons X. La dimension de la zone irradiée augmente avec l'angle de déclinaison ψ de l'échantillon et peut devenir plus large que la surface de la zone utile. Ainsi, les déterminations des figures de pôles sont incomplètes en raison de la limitation de l'angle de déclinaison et ne permettent pas une analyse très précise de la texture. Dans cette étude, la mesure de figures de pôles est limitée à un angle de déclinaison ψ=60° pour la figure de pôles {111}. Et de ce fait on ne peut pas déterminer les densités de pôles dues à la déformation par cisaillement qui sont situées en bordure de figures de pôles, *i.e.* pour un angle de déclinaison de la figure χ>50°. L'utilisation de conditions adaptées à ce cas particulier est donc nécessaire. Les conditions de mesures relatives à cette étude sont spécifiques et sont données dans cette annexe pour une anode de chrome (rayonnement $K_{\alpha 1}$ de longueur d'onde λ=0,229 nm) et un collimateur cylindrique de diamètre 0.8mm.

1. Définition des géométries de mesure

Les angles paramétrant les géométries de mesure sont présentés Figure A.1.

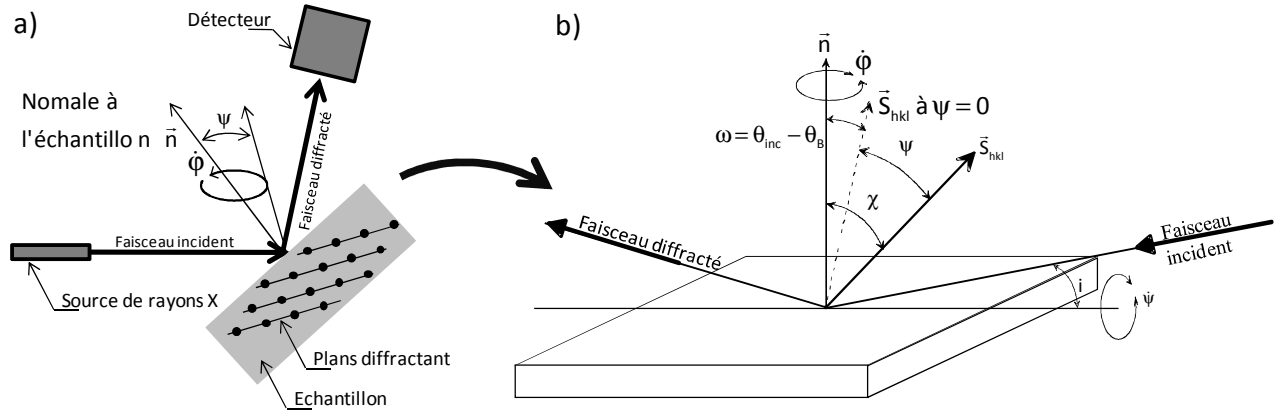


Figure A.1 Définition de la géométrie de diffraction et des angles associés. (a) Schéma général du positionnement de l'échantillon dans le goniomètre. (b) Vue de détail et définition

θ_{inc}: angle d'incidence du faisceau du goniomètre
ψ: angle de déclinaison du goniomètre
φ: angle d'azimut du goniomètre
θ_B: angle de Bragg
i: angle réel d'incidence
χ: angle de déclinaison de la figure de pôles
Φ: angle d'azimut de la figure de pôles
$\omega=\theta_{inc}-\theta_B$
$\vec{n}$: normale à l'échantillon
$\vec{S}_{hkl}$: vecteur de diffraction

1.1. Géométrie classique de Schulz

La méthode classique de mesure de figures de pôles en diffraction de rayons X est celle développée par Schultz [SCH49], utilisant la géométrie de Bragg-Brentano (BB). Une des conséquences de cette géométrie est l'augmentation de la taille de la surface irradiée avec celle de l'angle de déclinaison ψ du goniomètre. Dans le cas d'un collimateur de forme cylindrique, la forme de la surface irradiée est une ellipse, caractérisée par sa longueur L du grand axe (Figure A.2).

La longueur L du grand axe de l'ellipse dépend des conditions de mesure, *i.e.* de l'angle réel d'incidence i qui est lui-même lié aux angles d'incidence du faisceau θ_{inc} et de déclinaison ψ du goniomètre, suivant la relation A.1. L'angle réel d'incidence i est égal à l'angle d'incidence θ_{inc} lorsque l'angle de déclinaison ψ du goniomètre est nul.

$$\sin i = \sin\theta_{inc}\cos\psi \qquad \text{A.1}$$

Lors de la mesure de figures de pôles dans les conditions géométriques de Schulz, l'angle d'incidence du faisceau θ_{inc} du goniomètre est constant pendant que l'angle de déclinaison ψ augmente, conduisant à une augmentation de la longueur L. Sur la Figure A.3, l'évolution de L est donnée en fonction de i pour un collimateur de diamètre 0.8mm. Pour les faibles valeurs de i, *i.e.* pour un angle ψ élevé, la longueur L devient très importante. Pour une figure de pôles {111}, L devient plus grande que la largeur de la zone utile d'un échantillon cisaillé (L>3.5mm) à partir de i=13°, i.e. pour ψ=60°

Lorsque la longueur du grand axe L devient supérieure à la largeur de la zone utile, *i.e.* L>3.5mm, la surface irradiée comprend la zone utile et la zone de serrage de l'échantillon. La surface analysée n'est plus limitée à la zone déformée. Afin d'augmenter la taille de la surface analysée au-delà de 3.5mm, on peut découper l'échantillon en deux puis

les parties sont assemblées en tête-bêche. Néanmoins, cet assemblage requiert une découpe très précise de l'échantillon et la surface analysée peut aussi comporter des zones non représentatives de la déformation, comme illustré Figure A.4.

Avec la géométrie de Schulz, la mesure de figures de pôles est limitée à un angle de déclinaison maximum. Afin de pouvoir réaliser des mesures pour des angles de déclinaison plus importants, il faut trouver le moyen de limiter l'augmentation de la longueur L de l'ellipse à une valeur inférieure à celle de la largeur de la zone utile. Pour cela, nous avons utilisé la géométrie en angle réel d'incidence constant.

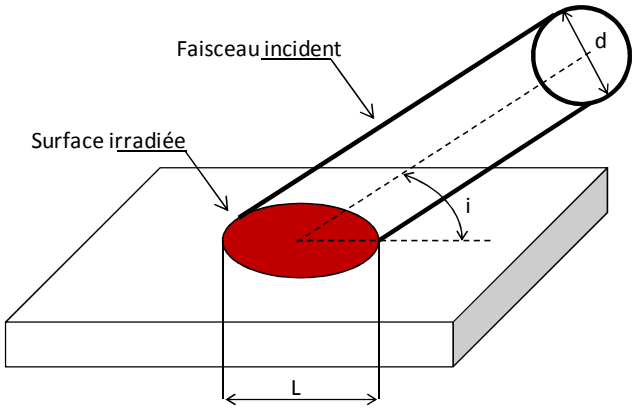


Figure A.2 Géométrie de la surface irradiée pour un collimateur cylindrique (d : diamètre du collimateur ; longueur du grand axe : L ; angle réel d'incidence : i).

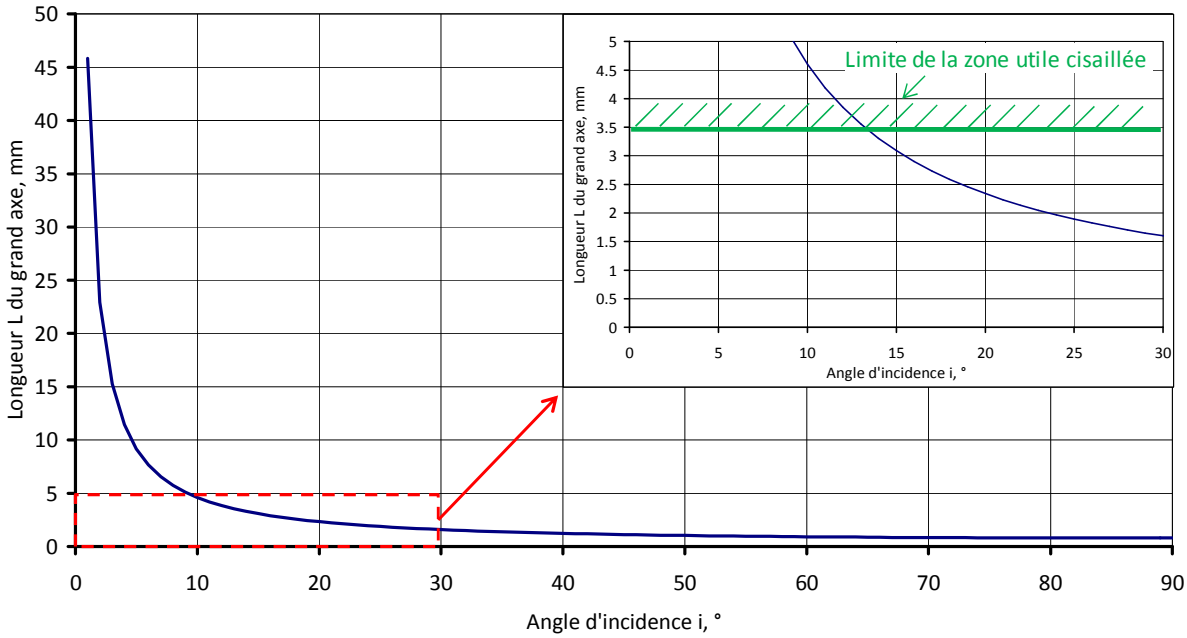


Figure A.3 Evolution de la longueur L du grand axe de l'ellipse, représentative de la surface irradiée, en fonction de l'angle réel d'incidence i, pour un angle 2θ=67.06° (figure de pôles {111}) et un collimateur de diamètre 0.8mm.

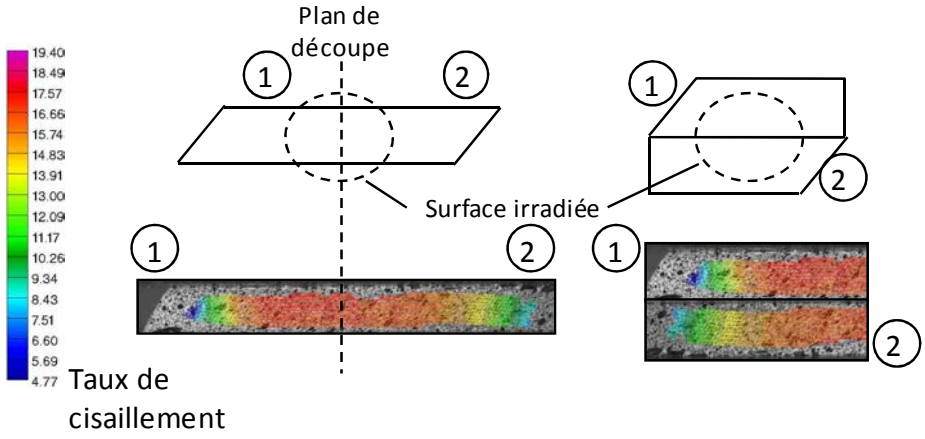


Figure A.4 Principe de la découpe de la zone utile pour en augmenter la taille. L'échelle de déformation correspond au taux de cisaillement mesuré par mouchetis.

1.2. Géométrie à angle d'incidence réel constant

Cette géométrie permet de limiter la taille de la surface irradiée, et donc la longueur L, en maintenant constante la valeur de l'angle réel d'incidence i. Cette technique a été développée par Szpunar [SZP93] et Player [Pla92] pour la mesure de textures sur les films minces.

La mise en œuvre de cette géométrie requiert le pilotage des angles θ_{inc} et ψ du goniomètre pour garder constant l'angle réel d'incidence i. θ_{inc} et ψ doivent satisfaire la relation A.1 avec la condition sin(i)=constante.

Mais l'emploi de cette géométrie requiert quelques attentions :

(i) La zone mesurable à angle d'incidence constant est limitée à une plage d'angles de déclinaison χ minimum et maximum de la figure de pôle, définis par les expressions A.2 et A.3 :

$$\chi_{min} = \left|\theta_B - i\right| \qquad \text{A.2}$$

$$\chi_{max} = a\cos\left(\frac{1}{2}\frac{\sin i}{\sin\theta_B}\right) \qquad \text{A.3}$$

(ii) Les intensités mesurées doivent être corrigées en tenant compte du volume diffractant et de son évolution suivant la relation A.4 [HEI86]:

$$I^{\omega} = I_{BB}\left[1 - \frac{\tan\omega}{\tan\theta_B}\right] \qquad \text{A.4}$$

où I_{BB} est l'intensité diffractée dans le cas de la géométrie de Schulz

(iii) Les intensités mesurées doivent être replacées dans le référentiel standard de la figure de pôles. Les angles de déclinaison et d'azimut de la figure de pôles sont exprimés par les relations A.5 et A.6 [HEI86]:

$$\cos\chi = \cos\psi.\cos\omega \qquad \text{A.5}$$

$$\Phi = \varphi + \Delta\varphi \text{ avec} \sin\Delta\varphi = \frac{\sin\omega}{\sin\chi} \qquad \text{A.6}$$

Le choix d'un angle d'incidence adapté, en particulier à la largeur de la zone utile, est un paramètre important permettant la mesure de figures de pôles pour des angles de déclinaison important. Néanmoins, la limitation de la zone mesurable pour les angles de déclinaison importants conduit à une zone aveugle au centre des figures de pôles où il n'est pas possible de faire des mesures. Cette zone est alors mesurée en utilisant la géométrie classique de Bragg-Brentano.

Finalement, la mesure de la figure de pôles est obtenue par combinaison des figures de pôles partielles mesurées à l'aide des géométries de Schulz et à angle réel d'incidence constante, respectivement pour les faibles et fortes valeurs de l'angle de déclinaison. Dans la suite de cette annexe, les résultats des mesures sont illustrés par les figures de pôles {111}.

2. Validation de la méthode

La géométrie de mesure en incidence constante à tout d'abord été testée sur un échantillon de traction de grande dimension. La largeur de la zone utile est de 20mm et permet l'emploi des deux géométries. Des mesures utilisant différentes valeurs de l'angle réel d'incidence ont été réalisées, respectivement 17°, 13° et 9°, et comparées à une mesure de référence avec la géométrie de Schulz. A angle réel d'incidence constant, les intensités mesurées sont utilisées pour calculer les intensités dans la figure de pôles standard, en tenant compte de la variation de volume diffractant et du bruit de fond. Elles sont présentées Figure A.5.

Les figures de pôles mesurées avec la géométrie en incidence constante concordent avec la figure mesurée avec la géométrie de Schulz. Les intensités obtenues et leurs positions sont en bon accord.

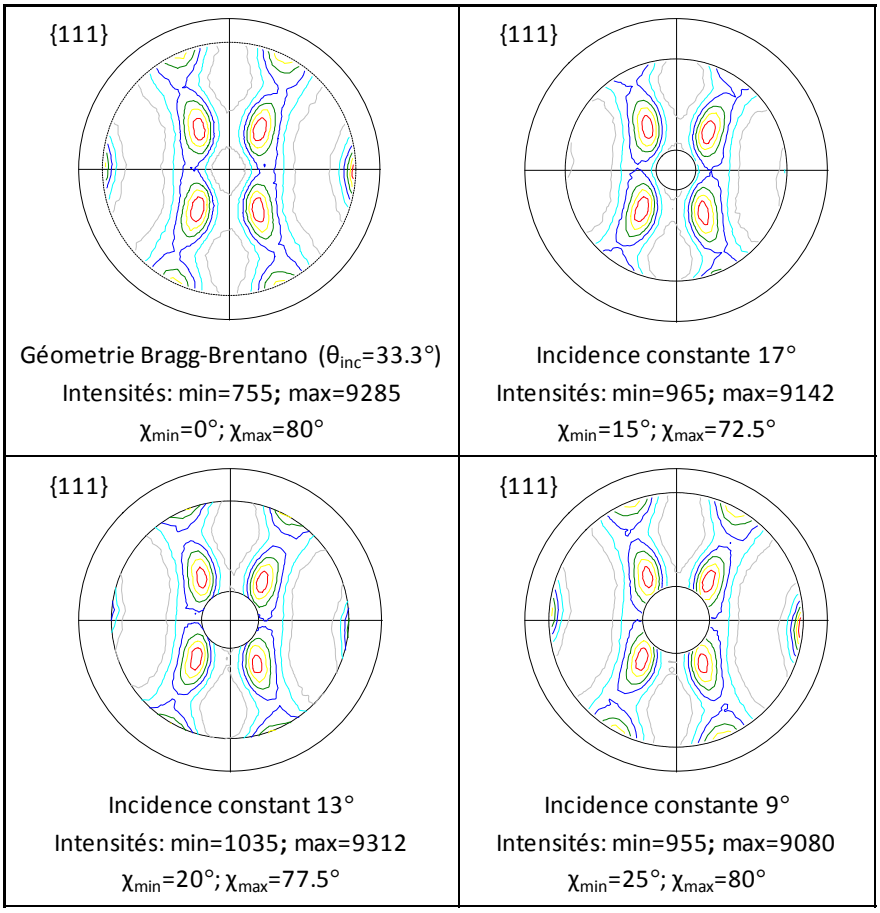


Figure A.5 Comparaison des figures de pôles {111} mesurées avec la géométrie de Bragg-Brentano et en incidence constante pour des angles de 17°, 13° et 9°. Niveaux : 2133-3301-4469-5637-6805-7973.

3. Application de la méthode aux échantillons cisaillés

Cette méthode est alors utilisée pour déterminer les textures des échantillons déformés en cisaillement monotone et réversible. Les figures de pôles partielles illustrant cette partie ont été mesurées sur un échantillon cisaillé à 0.34 de déformation équivalente. La largeur de la zone utile de l'échantillon est d'environ 3.5mm (Figure A.6).

Pour le choix de l'angle d'incidence adéquat, nous nous référons au graphique de détail Figure A.3. Afin de conserver la longueur de l'ellipse de la surface irradiée inférieure à 3.5mm, la valeur de l'angle d'incidence i est de 13°. C'est avec cette valeur que nous effectuerons les mesures. Les conditions expérimentales sont précisées dans le chapitre 2, §2.1. Les conditions de mesures suivant les deux géométries sont données dans la table A.1 pour chaque figure de pôles.

Plan {hkl}	{111}	{200}	{220}
χ pour la géométrie de Bragg-Brentano	0→60	0→65	0→80
χ pour un angle d'incidence constant de 13°	30→77.5	35→77.5	60→82.5

Table A.1 Conditions de mesures pour les géométries de Bragg-Brentano et en incidence constante suivant la figure de pôle considérée.

Pour chaque figure de pôles partielle, la position et la valeur de l'intensité est vérifiée dans la zone de recouvrement, afin de valider la cohérence de la mesure. Pour une figure de pôles {111}, cette zone couvre une plage allant de χ=30° à χ=60°. La Figure A.7 présente les figures partielles mesurées avec la géométrie de Bragg-Brentano (Figure A.7a), en incidence constante (Figure A.7b, i=13°) et enfin la figure de pôles reconstruite. La Figure A.8 présente les profils d'intensités mesurés sur chaque figure partielle, permettant de valider les mesures dans la zone de recouvrement. Ces profils sont donnés pour Phi=330° sur les figures de pôles partielles Figure A.7.

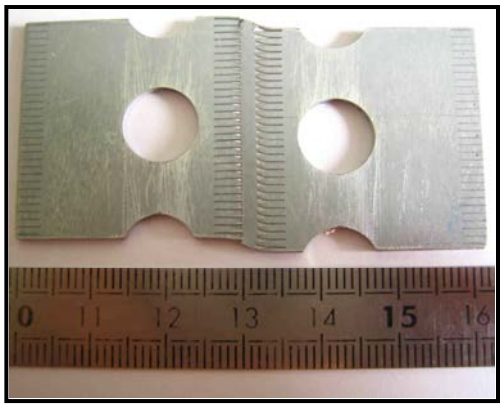


Figure A.6 Echantillon déformé en cisaillement.

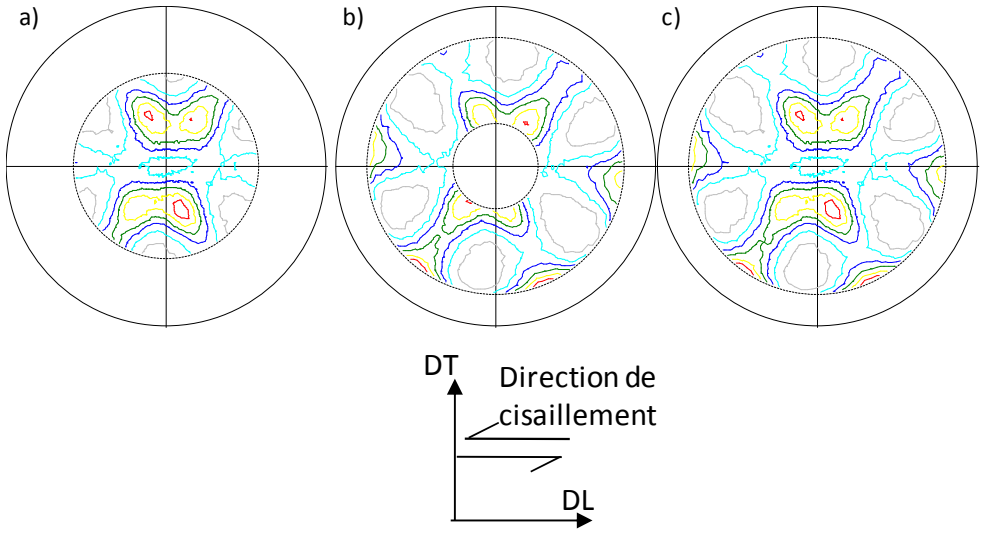


Figure A.7 Figures de pôles {111} partielles mesurées (a) avec la géométrie de Bragg-Brentano (b) et en incidence constant (i=13°). (c) Figure de pole reconstituée à partir de (a) et (b). Niveaux : 830-1295- 1761-2228-2694-3160.

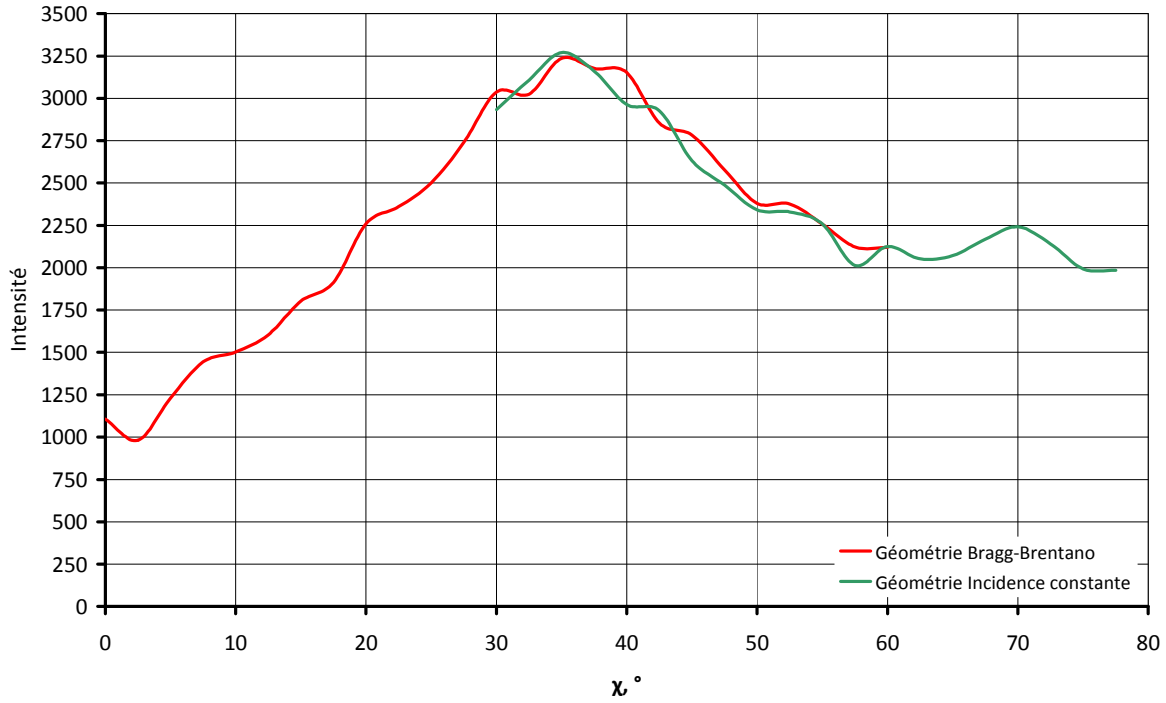


Figure A.8 Profils d'intensités suivant la géométrie de mesure. 0° < χ < 60° pour la mesure en Bragg-Brentano. 30° < χ < 77.5° pour la mesure en incidence constante. Les profils sont donnés pour les figures de pôles partielles de la Figure A.6 pour Phi=330°.

En combinant ces deux méthodes de mesure, la plage de mesure des figures de pôles d'échantillons cisaillés passe de χ=60° à χ=77.5° pour une figure de pôles {111}. La qualité de la détermination de la fonction de distribution des orientations est de ce fait grandement améliorée comme le montrent les coefficients d'erreurs RP et RP_1, définis respectivement par :

$$RP = \frac{100}{N_{RP}} \sum_{\phi} \sum_{\beta} \left| \frac{P_{hi}^{\exp}(\phi,\beta) - P_{hi}^{rec}(\phi,\beta)}{P_{hi}^{\exp}(\phi,\beta)} \right| \forall P_{hi}^{\exp}(\phi,\beta) \geq \delta \qquad \text{A.7}$$

$$RP_1 = \frac{100}{N_{RP1}} \sum_{\phi} \sum_{\beta} \left| \frac{P_{hi}^{\exp}(\phi,\beta) - P_{hi}^{rec}(\phi,\beta)}{P_{hi}^{\exp}(\phi,\beta)} \right| \forall P_{hi}^{\exp}(\phi,\beta) \geq 1 \qquad \text{A.8}$$

avec : - $P_{hi}^{exp}(\Phi,\beta)$: figure de pôles expérimentale
- $P_{hi}^{rec}(\Phi,\beta)$: figure de pôles recalculée
- N_{RP} : nombre de points de mesures expérimentaux ayant une valeur ≥δ
- N_{RP1} : nombre de points de mesures expérimentaux ayant une valeur ≥1

La détermination de la fonction de distribution des orientations a été effectuée tout d'abord à partir des figures de pôles mesurées avec la géométrie de Schulz (donc sur une plage limitée), puis avec les figures combinant les deux méthodes de mesures (donc pour une plage plus large). Les coefficients d'erreurs obtenus pour une figure de pôles {111} recalculée sont donnés dans la table A.2. La section de la fonction de distribution des orientations à φ_2=0° est donnée Figure A.9 pour chacun des cas. La mesure des figures de pôles sur une plage trop limitée conduit à une très mauvaise estimation des densités d'orientations, tant du point de vue de leurs intensités que de leurs dispersions. Les coefficients d'erreur résultant sont très élevés par rapport ceux obtenus en utilisant la méthode combinant les deux géométries de mesure.

L'utilisation combinée des deux géométries de mesure permet donc d'améliorer sensiblement la qualité de mesure et d'analyse des textures de déformation en cisaillement. Plus généralement, cette méthode pourra être utilisée et adaptée à l'ensemble des cas faisant appels à une surface d'analyse de petite dimension.

Géométrie de mesure	**Coefficients d'erreur %** RP	RP_1
Bragg-Brentano	25.51	15.36
Bragg-Brentano + incidence constante	4.96	3.06

Table A.2 Coefficients d'erreurs d'une figure de pôles {111} recalculée issue de la détermination de la fonction de distribution des orientations.

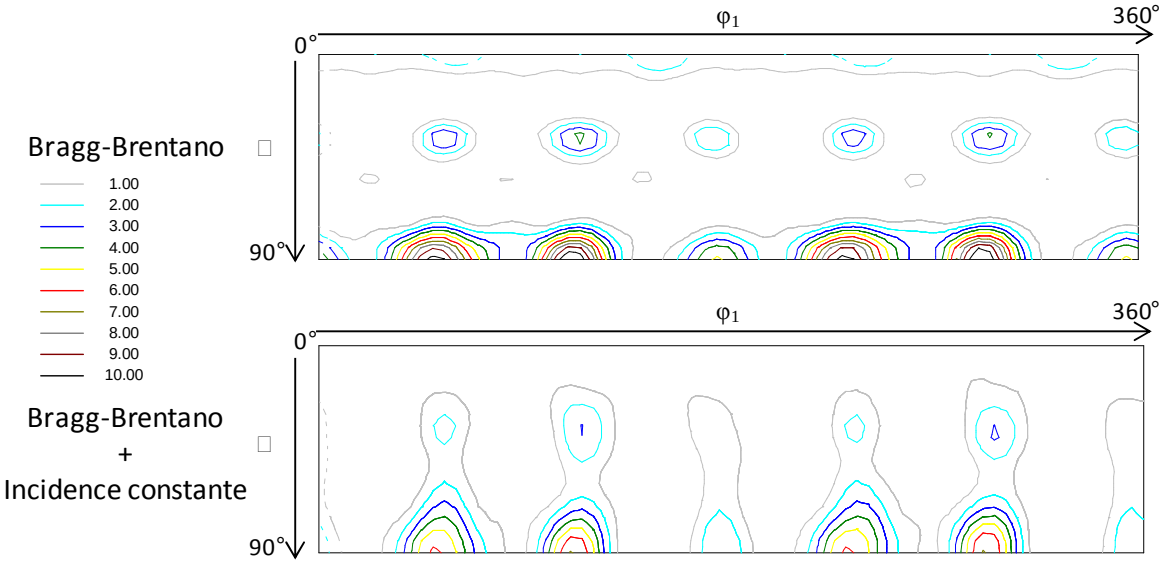


Figure A.9 Sections de la fonction de distribution des orientations φ_2=0° suivant les deux méthodes de mesure des figures de pôles.

4. Références bibliographiques

[HEI86] Heizmann J.J., Laruelle C., Simultaneous measurement of several X-ray pole figures, Journal of Applied Crystallography., 19, p.467-472 (1986)

[PLA92] Player M. A., Marr G. V., Gu E., Savaloni H., Öncan N., Munro I.H., Preferred orientation in erbium thin films using synchrotron radiation, Journal of Applied Crystallography, 25, pp. 770-777 (1992)

[SCH49] Schulz L.G., A direct method of determining preferred orientation of a flat reflection sample using a Geiger counter X-ray spectrometer, Journal of Applied Physics, 20, p.1030-1033 (1949

[SZP93] Szpunar J.A., Ahlroos S., Tavernier E., Method of measurement and analysis of texture in thin films, Journal of Materials Science, 28, p.2366-2376 (1993)

- ANNEXE B -

Caractérisation du matériau à l'état initial

1. CARACTERISATION DE LA TEXTURE INITIALE.....250

2. CARACTERISATION DE LA MICROSTRUCTURE INITIALE 251

1. Caractérisation de la texture initiale

La mesure des Figures de pôles {111}/{200}/{220} permet la détermination de la F.D.O. Les figures expérimentales présentant une symétrie orthorhombique, cette symétrie d'échantillon a été imposée lors du calcul de la F.D.O. Dans ce travail, les textures sont représentées à l'aide des figures de pôles recalculées {100}/{110}/{111} et/ou par la section de la F.D.O. à φ_2=45°.

Afin de contrôler la texture du matériau à l'état initial et d'en vérifier son homogénéité dans l'épaisseur, nous avons réalisé des mesures en surface de l'échantillon, au quart et la moitié de l'épaisseur. Les différentes textures sont représentées Figure B.1.

Comme nous pouvons le constater sur cette figure, le matériau ne présente pas de gradient de texture dans l'épaisseur, suivant la direction normale DN. La position et la valeur des maximums de la F.D.O ne varient pas.

La texture initiale est peu très prononcée ; l'indice de texture est de 1.7 et les intensités des figures de pôles (FDP) sont faibles. La section à φ_2=45° de la F.D.O. montre que les densités d'orientations les plus élevées sont concentrées autour des orientations cuivre {112}<111>, Goss {110}<001> et laiton {110}<112> avec des intensités respectives 1.5, 2.8 et 2. En considérant une ouverture de 10° autour de l'orientation stricte, nous constatons que seul 18% du matériau présente ces composantes.

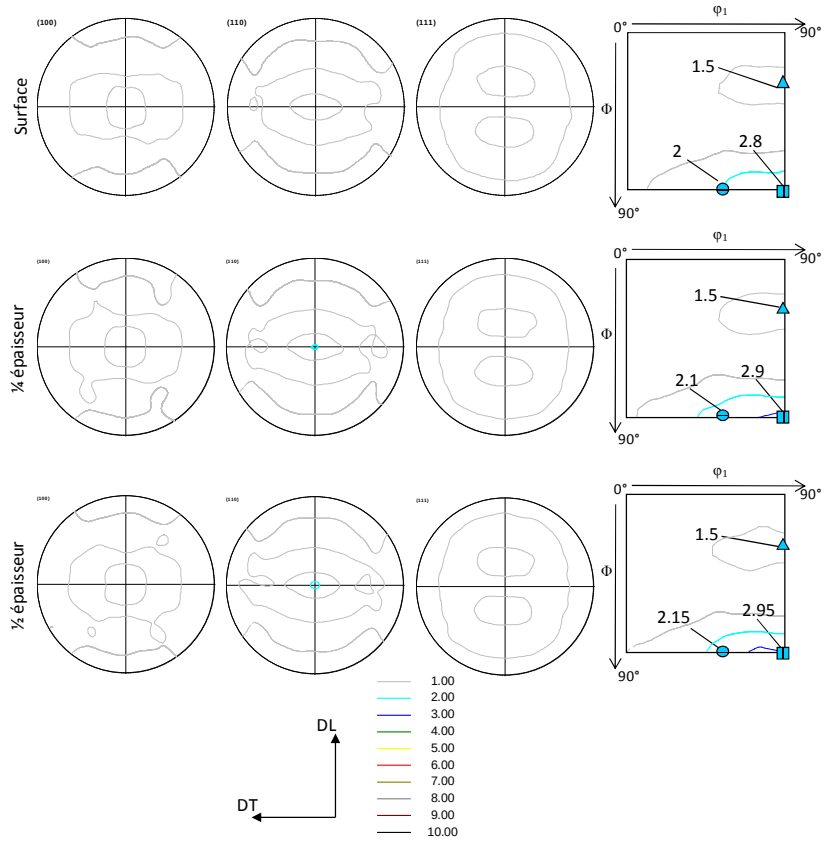


Figure B.1 Texture du matériau à l'état initial en surface, au quart et la moitié de l'épaisseur.

2. Caractérisation de la microstructure initiale

La cartographie en Figure B.2 présente la microstructure à l'état initial et sa texture locale. Sur la Figure B.2a, le niveau de gris de chaque pixel est relié à l'indice de qualité du diagramme de Kikuchi – IQ (les niveaux de gris clair correspondent aux indices de qualité les plus élevés alors que les niveaux de gris foncé correspondent aux indices de qualité les plus faibles). Cet indice est très sensible aux caractéristiques microstructurales de l'échantillon et par conséquent la cartographie de l'indice de qualité est particulièrement indiquée pour révéler la microstructure. Sur la Figure B.2b, les couleurs de chaque pixel représentent l'orientation de la direction macroscopique DT dans le repère du cristal, suivant le code de couleur du triangle standard. En particulier, en rouge, nous avons les grains ayant une direction <001> // DT, en bleu <111> // DT (grains dont les orientations appartiennent à la composante laiton) et en vert <110> // DT (grains dont les orientations appartiennent aux orientations Goss et cuivre). Cette cartographie d'orientations rend bien compte de la faible texture initiale.

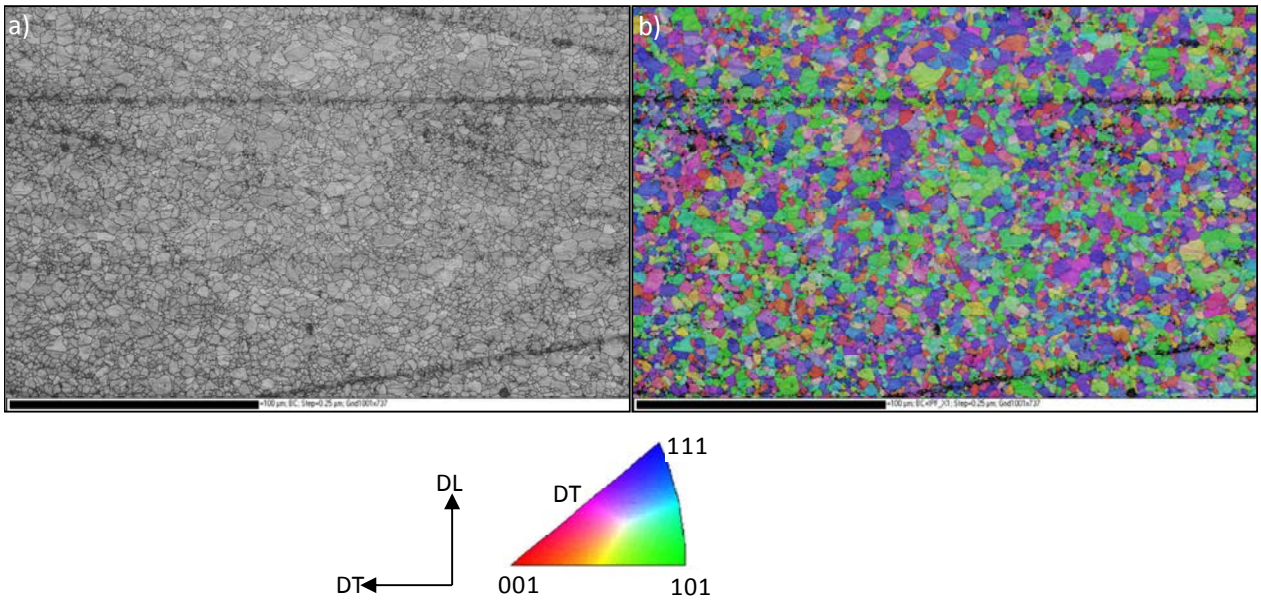


Figure B.2 Cartographie EBSD sur un échantillon à l'état initial. (a) Contraste de bandes. (b) Cartographie d'orientations suivant le code de couleurs du triangle standard (90%).

La taille moyenne de grain est de 2.6µm. Cette estimation a été effectuée sur une population d'environ 10000 grains. Cependant la distribution de taille présente une dispersion très importante autour de cette taille moyenne comme nous pouvons le voir sur la Figure B.3.

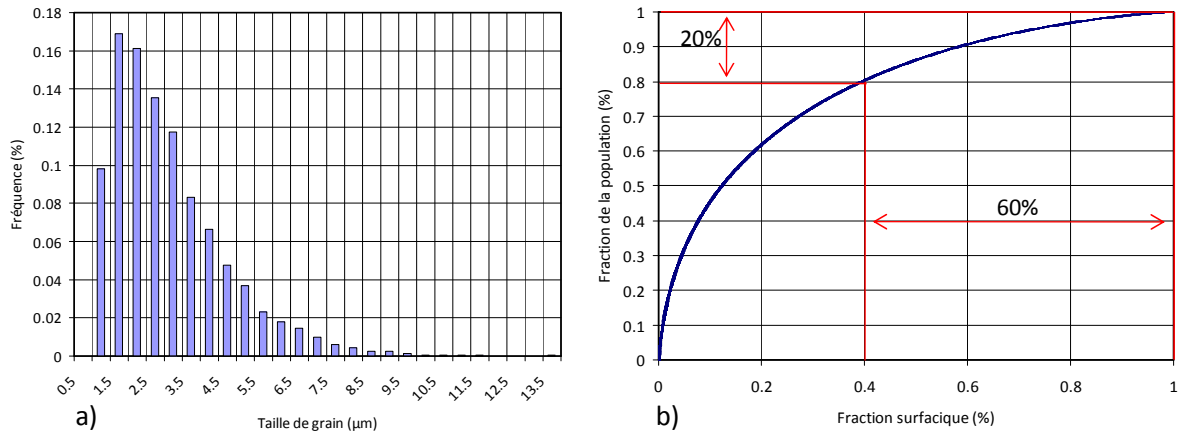


Figure B.3 (a) Distribution de la taille de grain. (b) Distribution surfacique cumulée de la microstructure à l'état initial.

La Figure B.3a présente la distribution de la taille de grain. Cette distribution est très hétérogène avec des tailles de grains extrémales de 0.5~1µm et 15µm. La répartition surfacique cumulée en Figure B.3b nous montre que 20% de la population occupe 60% de la surface de la microstructure. Cette population correspond aux tailles de grains 3.5 à 15µm. Nous pouvons déjà être attentifs au fait que cette dispersion importante dans la taille de grain peut potentiellement conduire à un comportement plastique local variable, notamment pour ce qui concerne la répartition et l'association des mécanismes de déformation. Aucune composante de texture particulière liée à la taille de grain n'a été relevée.