



**HAL**  
open science

# Analyse du comportement mécanique des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons X et neutronique

Rim Dakhlaoui

► **To cite this version:**

Rim Dakhlaoui. Analyse du comportement mécanique des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons X et neutronique. Mécanique [physics.med-ph]. Arts et Métiers ParisTech, 2006. Français. NNT : 2006ENAM0044 . tel-00141001

**HAL Id: tel-00141001**

**<https://pastel.hal.science/tel-00141001>**

Submitted on 11 Apr 2007

**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.



Ecole doctorale n° 432 : Sciences des Métiers de l'Ingénieur

# THÈSE

pour obtenir le grade de

**Docteur**

de

**l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers**

Spécialité "Mécanique et Matériaux"

*Présentée et soutenue publiquement*

*par*

**Rim DAKHLAOUI**

le 08 Décembre 2006

**ANALYSE DU COMPORTEMENT MÉCANIQUE DES  
CONSTITUANTS D'UN ALLIAGE POLYCRISTALLIN  
MULTIPHASÉ PAR DIFFRACTION DES RAYONS X ET  
NEUTRONIQUE**

*Directeur de thèse: Chedly BRAHAM*

*Codirecteur de thèse : Andrzej BACZMAŃSKI*

Jury :

**Mme. S. DENIS**, Professeur, LSG2M, Ecole des mines de Nancy..... Présidente  
**Mme. S. DEGALLAIX**, Professeur, LML, Ecole centrale de Lille..... Rapporteur  
**M. A. LODINI**, Professeur, LACM, Université de Reims ..... Rapporteur  
**M. A. BACZMAŃSKI**, Maître de conférences, HDR, AGH University of Science and  
Technology, Kraków..... Examineur  
**M. C. BRAHAM**, Maître de conférences, HDR, LIM, ENSAM de Paris..... Examineur  
**M. J. PEULTIER**, Ingénieur de recherche, INDUSTRIEL, Arcelor Group..... Invité

**Laboratoire d'Ingénierie des Matériaux (LIM)**  
*ENSAM, CER de Paris*



## Remerciements

Au terme de ce parcours, ma très sincère gratitude va à M. Chedly Braham non seulement pour avoir dirigé la thèse mais aussi pour la confiance qu'il m'a accordé en m'initiant à la recherche et pour les orientations qu'il m'a données tout au long de ces trois années.

Je tiens à exprimer toute ma reconnaissance à M. Andrzej Baczmanski, co-directeur de ma thèse, pour son aide immense, pour sa rigueur, pour ses idées et pour le temps qu'il m'a accordé tout au long de cette thèse. Je lui remercie de m'avoir fait découvrir l'univers passionnant des modèles de transition d'échelle. C'est grâce à nos longues et fort intéressantes discussions, pendant ses séjours au sein du LIM, que j'ai pu améliorer mon anglais oral. Je lui remercie également pour son encouragement permanent et son soutien dans les moments les plus difficiles de ma thèse. Dziękuję Andrzej.

Je remercie Mme Sabine Denis, professeur à l'école des mines de Nancy, d'avoir examiné mon travail et présider le jury de thèse. Mme Suzanne Degallaix, professeur à l'école centrale de Lille et M. Alain Lodini, professeur à l'université de Reims, ont toute ma reconnaissance pour le travail qu'ils ont réalisé en tant que rapporteurs. Je remercie M. Jérôme Peultier, ingénieur de recherche à ARCELOR Industeel Group d'avoir assisté à ma soutenance de thèse.

Je souhaite exprimer tous mes remerciements à M. Didier Baptiste, professeur au LIM à l'ENSAM de Paris, qui a contribué énormément à mon intégration au laboratoire alors qu'il en était le directeur, lors de mon arrivée au Lm<sup>3</sup> depuis le DEA, et pour avoir soutenu mes candidatures en thèse et au poste d'ATER. Je remercie également M. Habib Sidhom, professeur au LMMP à l'ESSTT, pour les discussions intéressantes qu'on a pu avoir concernant les aspects de vieillissement des aciers duplex.

Mes vifs remerciements vont également à Dr. Edward Oliver, pour son aide pendant les expériences par diffraction des neutrons à ISIS en Grande Bretagne et pour sa collaboration dans ce travail.

Je suis aussi reconnaissante envers les étudiants que j'ai eu l'honneur d'encadrer et qui ont apporté une contribution à ce travail. Merci également aux membres du laboratoire LIM et à tous ceux qui ont participé de loin ou de près à ce travail ; qu'ils soient ici remerciés.

Un grand Merci à ma bonne étoile, ma meilleure amie Sonia, pour m'avoir soutenue et coacher pendant toutes ces années. Rien n'aurait été pareil sans ta présence. Je remercie Hichem, pour son soutien et son encouragement permanent tout au long de ces années malgré les distances qui nous séparent. Votre sérénité apaise toutes les tempêtes.

Je remercie également ma tante Souad et ma cousine Raja qui m'ont fait le grand plaisir d'assister à ma soutenance.

Enfin, je dédie ce travail à mes parents, mes soeurs et mon frère en témoignage de ma profonde affection et mon éternelle reconnaissance pour leur soutien pendant toutes mes études depuis « Elkotteb » jusqu'au doctorat, malgré mon éloignement depuis de nombreuses années.



# **Analyse du comportement mécanique des constituants d'un alliage polycristallin multiphasé par diffraction des rayons X et neutronique**

## **Résumé**

L'objectif de ce travail est de proposer une démarche, mettant en oeuvre les techniques de diffraction ainsi que les approches théoriques de la modélisation auto-cohérente, afin d'analyser et mieux comprendre le comportement mécanique de chaque phase d'un acier inoxydable austéno-ferritique laminé à chaud. L'étude expérimentale vise la caractérisation du comportement mécanique local des phases sous un chargement uniaxial. La diffraction des rayons X et la diffraction neutronique ont été utilisées dans cette optique. Les états de contrainte ont été déterminés par DRX dans les phases austénitique et ferritique chargées en traction. L'évolution des déformations élastiques dans chacune des phases a été mesurée par la diffraction des neutrons en utilisant la technique de « temps-de-vol » au cours d'essais de traction et de compression. Les constantes élastiques radiocristallographiques ont été déterminées en utilisant une procédure de calcul faisant appel au modèle auto-cohérent pour une déformation purement élastique.

Pour rendre compte du comportement mécanique du matériau étudié, le modèle micromécanique polycristallin auto-cohérent pour une déformation élastoplastique a été adapté et confronté aux expériences menées. La texture cristallographique et les contraintes résiduelles initiales ont été prises en compte dans cette analyse. Les cisssions critiques et les paramètres d'écrouissage de chacune des phases de l'acier duplex étudié ont été identifiés. Les résultats de cette étude ont montré que la phase austénitique représente la phase la moins dure et la plus écrouissable. Lors du calcul, la prise en compte des contraintes résiduelles initiales dans l'échantillon non déformé a expliqué l'asymétrie du comportement mécanique des phases en traction et en compression. Il a été montré que les contraintes initiales modifient considérablement les valeurs des limites d'élasticité des phases. Une bonne correspondance a été notée en comparant les résultats obtenus par DRX à ceux obtenus par la diffraction neutronique. Le problème de la relaxation de la contrainte normale à la surface irradiée par les rayons X a été analysé et discuté.

En utilisant la DRX et la modélisation auto-cohérente, l'effet de la composition chimique de l'acier inoxydable austéno-ferritique ainsi que l'influence d'un vieillissement à 400°C pendant 1000h, sur le comportement mécanique de chacune des phases austénitique et ferritique, ont été mis en évidence.

**Mots clés :** Diffraction des rayons X, Diffraction neutronique, Acier duplex austéno-ferritique, modèle auto-cohérent.

## **Analyze of phase's mechanical behaviour of a multiphase polycrystalline alloy by X-ray and neutron diffraction**

### **Abstract**

The aim of this work is to propose a methodology using diffraction methods and theoretical approaches of self-consistent modeling in order to analyze and better understand the mechanical behavior of each phase of hot-rolled duplex stainless steel. The purpose of the experimental study is to characterize the local mechanical behavior of phases under uniaxial loading. X-ray and neutron diffraction which enable to measure strains in each phase separately were used in this aim. Austenitic and ferritic phase stresses are determined by X-ray diffraction during tensile tests. Evolution of the elastic strains in each phase was measured by neutron diffraction using « time-of-flight » method during tensile and compression tests. Elastic constants were given using the self-consistent model for a purely elastic deformation.

To reproduce the mechanical behaviour of the studied material, self-consistent polycrystalline micromechanical model for elastoplastic deformation has been adapted and confronted to experimental results. Crystallographic texture and initial residual stresses were considered in this analysis. Critical shear stresses and hardening parameters of each phase of the studied duplex steel have been identified. Results of this study showed that the austenitic phase represents the softest and the most hardenable phase. Taking into account in calculations the initial residual stresses in the non deformed sample leads to the conclusion that the initial stresses modify considerably the values of phase's yield stresses. Good agreement has been noted comparing results obtained by XRD to those obtained by neutron diffraction. The problem of relaxation of normal stresses in the analysed layer by X-rays was analysed and discussed. Using XRD and self-consistent modelling, the effect of the chemical composition of the duplex stainless steel and the influence of ageing at 400°C for 1000h on the mechanical behaviour of austenitic and ferritic phases have been established.

**Key words:** X-ray diffraction, Neutron diffraction, Austeno-ferritic duplex stainless steel, Self-consistent model.



# Sommaire

<b>Publications</b> -----	<b>11</b>
<b>Introduction Générale</b> -----	<b>13</b>
<b>Liste des abréviations</b> -----	<b>15</b>
<b><u>Chapitre 1.</u></b>	
<b>Déformations et contraintes internes dans les matériaux polycristallins multiphasés</b> -----	<b>17</b>
1.1. Introduction-----	17
1.2. Définitions et ordres des contraintes-----	17
1.2.1. Les contraintes du 1 <sup>er</sup> ordre ( $\sigma^I$ , macro)-----	17
1.2.2. Les contraintes du 2 <sup>ème</sup> ordre ( $\sigma^{II}$ , méso)-----	18
1.2.3. Les contraintes du 3 <sup>ème</sup> ordre ( $\sigma^{III}$ , micro)-----	19
1.3. Origines physiques des contraintes à l'échelle du grain-----	20
1.3.1. Contraintes introduites par l'hétérogénéité et l'anisotropie élastique-----	21
1.3.2. Les contraintes d'incompatibilité-----	22
1.3.2.1. Contraintes d'incompatibilité plastique.....	22
1.3.2.2. Contraintes d'incompatibilité thermique.....	23
1.4. Déformation élastoplastique et comportement local à l'échelle du grain-----	23
1.4.1. Description macroscopique de la déformation élastoplastique-----	24
1.4.2. Comportement local du grain-----	26
1.4.3. Formulation du modèle élastoplastique auto-cohérent-----	30
1.5. Techniques de détermination des contraintes-----	33
1.5.1. Techniques destructives-----	33
1.5.1.1. Méthode du trou incrémentale (Hole drilling).....	33
1.5.1.2. Méthode du trépan (Ring coring).....	34
1.5.1.3. La méthode de Sachs.....	34
1.5.2. Techniques non destructives-----	34
1.5.2.1. Interférométrie de moiré.....	34
1.5.2.2. Les ultrasons.....	35
1.5.2.3. Les méthodes magnétiques.....	35
1.5.2.4. Spectrométrie RAMAN.....	35
1.5.2.5. Les méthodes de diffraction.....	35
1.6. Détermination des contraintes par les méthodes de diffraction-----	36
1.6.1. Déformation élastique mesurée par diffraction-----	36
1.6.2. Calcul des Constantes Elastiques Radiocristallographiques (CER) dans la détermination des contraintes-----	40
1.6.3. Modèles de calcul des CER :-----	42
1.6.3.1. Modèle de Reuss.....	42
1.6.3.2. Modèle de Voigt.....	43
1.6.3.3. Modèle auto-cohérent.....	44
1.6.3.4. Approche quasi-isotrope.....	46
1.6.4. Méthode de la « multi-réflexion » dans la détermination des contraintes-----	48
1.6.5. Non linéarité des courbes des $\sin^2\psi$ -----	49
1.7. Elargissement des raies de diffraction-----	50
1.8. Conclusion-----	51

## **Chapitre 2.**

<b>Etudes bibliographiques</b> -----	<b>53</b>
2.1. Introduction -----	<b>53</b>
2.2. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques -----	<b>53</b>
2.2.1. Présentation des aciers austéno-ferritiques laminés -----	54
2.2.2. Fragilisation des aciers inoxydables par traitement thermique de vieillissement -----	55
2.3. Etudes par diffraction des matériaux polycristallins multiphasés -----	<b>57</b>

## **Chapitre 3.**

<b>Matériaux et méthodes expérimentales</b> -----	<b>63</b>
3.1. Introduction -----	<b>63</b>
3.2. Matériaux étudiés -----	<b>63</b>
3.3. Investigations expérimentales -----	<b>66</b>
3.3.1. Mesure de la microdureté Vickers -----	66
3.3.2. Mesure des déformations élastiques par DRX -----	66
3.3.3. Mesure des déformations élastiques par la diffraction des neutrons -----	69
3.3.4. Détermination de la texture cristallographique -----	72

## **Chapitre 4.**

<b>Analyse du comportement des phases d'un acier inoxydable austéno-ferritique par diffraction des rayons X et modélisation auto-cohérente</b> -----	<b>73</b>
4.1. Introduction -----	<b>73</b>
4.2. Détermination des contraintes : Diffraction / modélisation -----	<b>73</b>
4.2.1. Analyse des contraintes -----	73
4.2.2. Calculs et prédictions du modèle -----	74
4.3. Résultats et discussions -----	<b>76</b>
4.3.1. Texture cristallographique -----	76
4.3.2. Gradients de contrainte et répartition des contraintes dans les phases -----	76
4.3.3. Analyse des résultats par le modèle auto-cohérent -----	84
4.3.4. Influence de la texture cristallographique et de la forme des inclusions sur le comportement des phases -----	91
4.3.5. Influence de l'anisotropie sur le comportement mécanique des phases -----	91
4.3.6. Influence des contraintes résiduelles initiales sur les propriétés mécaniques des phases -----	94
4.3.7. Largeurs de raies et évolution des cissions critiques $\tau_c^o$ -----	100
4.4. Conclusion -----	<b>103</b>

## **Chapitre 5.**

<b>Analyse du comportement des phases d'un acier inoxydable austéno-ferritique par la diffraction des neutrons et la modélisation auto-cohérente</b> -----	<b>105</b>
--	------------

5.1.	Introduction-----	105
5.2.	Contraintes résiduelles initiales -----	105
5.3.	Réponse mécanique des phases sous un chargement uniaxial -----	109
5.3.1.	Mesure des déformations élastiques-----	109
5.3.2.	Interprétations et discussions-----	114
5.3.2.1.	<i>Effet des contraintes résiduelles initiales sur les propriétés des phases .....</i>	<i>114</i>
5.3.2.2.	<i>Effet de la texture cristallographique sur les propriétés des phases.....</i>	<i>127</i>
5.3.2.3.	<i>Effet de l'anisotropie élastique sur les propriétés des phases.....</i>	<i>130</i>
5.4.	Conclusion -----	135

## **Chapitre 6.**

### **Effet du vieillissement et de la composition chimique sur le comportement des phases de l'acier inoxydable austéno-ferritique ----- 137**

6.1.	Introduction-----	137
6.2.	Influence de la composition chimique sur les propriétés mécaniques des phases -----	137
6.2.1.	Texture cristallographique-----	138
6.2.2.	Influence de la composition chimique sur la répartition des contraintes dans les phases -----	142
6.2.3.	Influence de la composition chimique sur la microdureté des phases -----	148
6.2.4.	Elargissement des raies et évolution de la cission critique-----	149
6.3.	Influence du vieillissement thermique-----	150
6.3.1.	Caractérisation mécanique et microdureté-----	151
6.3.2.	Identification des phases et texture cristallographique -----	153
6.3.3.	Répartition des contraintes dans les phases-----	154
6.4.	Conclusion -----	158

### **Conclusions générales et perspectives ----- 159**

Conclusions générales-----	159
Idées de perspectives -----	161

### **Références bibliographiques ----- 163**

### **Annexes----- 169**

Annexe A1 : Description de la texture cristallographique-----	169
Annexe A2 : Dimensions des éprouvettes de traction et compression-----	173
Annexe A3 : Montage de mesure sur le diffractomètre SetX-----	174
Annexe A4 : Reproductibilité des analyses de diffraction sous charge-----	176
Annexe A5 : Comparaison des modèles-----	178
Annexe A6 : Agrandissement des courbes-----	183



# Publications

Ce travail a fait l'objet des productions scientifiques suivantes :

## Articles dans des revues internationales

- **R. Dakhlaoui**, C. Braham, A. Baczmański  
Mechanical Properties of Phases in Austeno-ferritic Duplex Stainless Steel  
**Materials Science and Engineering: A**. Vol. 444, Issues 1-2, (January 2007) pp. 6-17.  
doi:10.1016/j.msea.2006.06.074.
- **R. Dakhlaoui**, A. Baczmański, C. Braham, S. Wroński, K. Wierzbowski and E.C. Oliver  
Effect of Residual Stresses on Individual Phase Mechanical Properties of Austeno-ferritic Duplex Stainless Steel.  
**Acta Materialia** Vol. 54, Issue 19, (November 2006) pp. 5027–5039  
doi:10.1016/j.actamat.2006.06.035.
- **R. Dakhlaoui**, C. Braham, A. Baczmański, S. Wroński, K. Wierzbowski and E.C. Oliver  
Effect of residual stresses on mechanical properties of duplex stainless steel studied by diffraction and self-consistent modelling.  
**Materials Science Forum** Vols. 524-525 (2006) pp. 185-190
- S. Wroński, A. Baczmański, K. Wierzbowski, C. Braham, **R. Dakhlaoui** and E.C. Oliver  
Quantitative Estimation of the Second Order Plastic Incompatibility Stresses in Textured Duplex Steel.  
**Materials Science Forum** Vols. 524-525 (2006) pp. 841-846

## Congrès et conférences internationaux à comité de lecture avec publication des actes

- **R. Dakhlaoui**, S. Wroński, C. Braham, A. Baczmański, K. Wierzbowski  
Influence of nitrogen content and residual stresses on mechanical properties of duplex stainless steels studied by X-ray and neutron diffraction.  
**MECA SENS III**, Conference on stress evaluation by Neutron and Synchrotron Radiation, 17-19 Novembre 2005, Santa Fe, **New Mexico, USA**. (Présentation orale)
- **R. Dakhlaoui**, C. Braham, A. Baczmański, S. Wroński, K. Wierzbowski and E.C. Oliver  
Effect of residual stresses on mechanical properties of duplex stainless steel studied by diffraction and self-consistent modelling.  
The 7th European Conference on Residual Stresses **ECRS7**, 13-15 Septembre 2006, **Berlin, Germany**. (Présentation orale)
- S. Wroński, A. Baczmański, K. Wierzbowski, C. Braham, **R. Dakhlaoui** and E.C. Oliver  
Quantitative Estimation of the Second Order Plastic Incompatibility Stresses in Textured Duplex Steel.  
The 7th European Conference on Residual Stresses **ECRS7**, 13-15 Septembre 2006, **Berlin, Germany**. (Présentation orale)
- **R. Dakhlaoui**, C. Braham et A. Baczmański  
Influence de l'état de surface sur le comportement mécanique des phases d'un acier austéno-ferritique texturé.  
**JSTMM 2006**, Surfaces et Interfaces, 13-14 avril 2006, **Hammamet, Tunisie**. (Présentation orale)

### Conférences internationales avec résumé

- C. Braham, **R. Dakhlaoui** and A. Baczmanski  
Mechanical Properties of Two-Phase Polycrystalline Materials – Diffraction and Modelling.  
**NET PECO Workshop**, 3-4 Decembre 2004, **Petten, Netherland**. (Présentation orale)

### Congrès et conférences nationaux à comité de lecture avec publication des actes

- **R. Dakhlaoui**, C. Braham, A. Baczmanski  
Etude des propriétés mécaniques des aciers duplex austéno-ferritiques : diffraction des rayons X et modélisation.  
17ème Congrès Français de Mécanique **CFM2005**, CDROM des conférences, articles/861.pdf, 6p, Août 2005, **Troyes, France**. (Présentation d'un Poster)  
<http://belz.univ-ubs.fr/lg2m/Documentation/CFM2005/articles/861.pdf>
- **R. Dakhlaoui**, C. Braham et A. Baczmanski  
Effet du vieillissement et de la composition chimique sur le comportement des phases d'un acier inoxydable austéno-ferritique.  
**Matériaux2006**, 13-17 Novembre 2006, **Dijon, France**.

### Conférences nationales avec résumé

- **R. Dakhlaoui**, C. Braham  
Influence de la composition chimique sur le comportement mécanique des constituants d'un acier inoxydable austéno-ferritique.  
**G.E.R MéCAM**, Réunion du groupe de travail Mécanique, 19-20 Mai. 2005, **Strasbourg, France**, (Présentation orale)
- **R. Dakhlaoui**, C. Braham  
Analyse du comportement mécanique des aciers duplex austéno-ferritiques par diffraction et modélisation auto-cohérente  
8<sup>ème</sup> Forum **FIRTECH**, Juillet **2005**, Mécanique et Matériaux (FFMMIF 8), **Saclay, France**, (Présentation d'un poster)

# Introduction Générale

**L**e comportement macroscopique des matériaux polycristallins multiphasés est conditionné par celui de leurs phases constitutives. Le nombre de phases, leurs fractions respectives et leurs propriétés intrinsèques dépendent à la fois des modes d'élaboration (moulés, forgés, laminés...) et des traitements thermomécaniques ultérieurs (recuit, recristallisation, vieillissement,...). L'identification du comportement de chaque phase, dans des conditions de chargement (monotone simple, complexe ou cyclique) et d'environnement (neutre ou corrosif) permet de décrire correctement le comportement macroscopique du matériau (loi de comportement) et d'optimiser la microstructure par le contrôle des procédés d'élaboration et de traitements.

Nombreuses études ont été menées afin de caractériser la microstructure des matériaux et les propriétés mécaniques associées en considérant que le matériau polycristallin est homogène ou isotrope. Cependant, dans le cas des matériaux hétérogènes multiphasés, de nouvelles approches devraient être utilisées afin de tenir compte de chaque type d'hétérogénéité et de son influence sur le matériau. Par conséquent, les développements scientifiques, théoriques et expérimentaux, doivent établir clairement les caractéristiques complètes du matériau considéré selon son processus d'élaboration et ses conditions d'utilisation. Cette étape de caractérisation nécessite une meilleure compréhension des relations entre les propriétés mécaniques et la microstructure.

L'acier inoxydable austéno-ferritique (dit : Duplex) est un acier commercialisé de manière significative depuis de nombreuses années. Il allie de bonnes propriétés mécaniques et une grande résistance à la corrosion. Vu que les phases de l'acier austéno-ferritique ont des comportements mécaniques différents (limites d'élasticité et écrouissage), une déformation plastique, homogène ou hétérogène, va créer une distribution interne de contraintes. Cette distribution de contraintes peut être déterminée par les techniques de diffraction. Ce sont les seules méthodes capables de mesurer les déformations élastiques dans chacune des phases dans un matériau cristallin. Une connaissance quantitative précise du comportement mécanique de chaque phase séparément reste pourtant relativement limitée dans la littérature. En effet, la coexistence des phases, les contraintes résiduelles initiales, l'anisotropie de forme et d'orientation, ainsi que la différence de propriétés physiques des deux phases rendent leurs études complexes et les résultats dans la littérature sont encore controversés.

L'objectif de cette recherche consiste à proposer et valider une démarche mettant en oeuvre les techniques de la diffraction des rayons X et des neutrons, associées à des approches théoriques de la modélisation auto-cohérente, afin d'analyser et de comprendre le comportement mécanique de chaque phase d'un acier inoxydable austéno-ferritique, sous un chargement uniaxial. Différents aspects (texture cristallographique, contraintes résiduelles initiales,

compositions chimiques, durcissement des phases...) contribuant à la différence de comportements entre les phases austénitique et ferritique seront discutés et mis en évidence dans cette thèse, où nous proposons une contribution dans le cadre général de l'étude du comportement mécanique à l'échelle des constituants des matériaux polycristallins multiphasés.

Ce mémoire est organisé selon le plan suivant :

Dans le premier chapitre, nous présentons les définitions des contraintes résiduelles ainsi que leurs origines physiques. Ceci est suivi d'une description de la déformation élastoplastique et du comportement local à l'échelle des grains afin de présenter la formulation du modèle auto-cohérent. Les différentes techniques de détermination expérimentale des contraintes sont décrites brièvement. L'interprétation des grandeurs mesurées par les techniques de diffraction en utilisant différentes méthodes et approches théoriques est détaillée et discutée.

Dans le deuxième chapitre, une étude bibliographique sur les travaux les plus récents concernant l'analyse de la distribution des déformations et des contraintes dans les constituants des matériaux multiphasés est présentée. Une attention particulière est portée sur les travaux antérieurs effectués sur l'acier austéno-ferritique. Une description de ce type d'acier est effectuée en s'intéressant à différents aspects comme leur comportement mécanique et leur vieillissement thermique.

Le troisième chapitre est consacré à la description du matériau de l'étude ainsi que les conditions des essais effectués et les différents équipements utilisés dans le cadre de ce travail.

Dans le quatrième et le cinquième chapitres, les différentes investigations expérimentales menées par la diffraction des rayons X et neutronique sont présentées et analysées par la modélisation auto-cohérente, puis discutées.

Dans le dernier chapitre, des applications de la démarche proposée et validée dans les chapitres précédents, sont effectuées afin d'analyser l'influence de la composition chimique et l'influence d'un traitement de vieillissement thermique sur le comportement de l'acier austéno-ferritique. Pour finir, ceci est complété par une conclusion générale et des suggestions de perspectives.

# Liste des abréviations

<b>DRX</b>	: Diffraction des rayons X
<b>DN</b>	: Direction normale
<b>DT</b>	: Direction transverse
<b>DL</b>	: Direction de laminage
<b>CER</b>	: Constantes élastiques radiocristallographiques
$\gamma$	: Phase austénitique
$\alpha$	: Phase ferritique
<b>CFC</b>	: Cubique à faces centrées
<b>CC</b>	: Cubique centré
<b>DC</b>	: Direction de chargement
<b>LI</b>	: Largeur intégrale
<b>Fdoc</b>	: Fonction de densité des orientations cristallines
<b>FDP</b>	: Figure de pôle
<b>V-T</b>	: Voigt-Taylor
<b>A-C</b>	: Auto-cohérent
<b>R-S</b>	: Reuss-Sachs

Le terme « contraintes mesurées » signifie « contraintes déterminées expérimentalement »



# Chapitre 1

## Déformations et contraintes internes dans les matériaux polycristallins multiphasés

### 1.1. Introduction

Dans ce chapitre, les différents aspects de générations et de développement des contraintes internes dans les matériaux polycristallins multiphasés sont présentés. Les définitions des contraintes internes et des contraintes résiduelles ainsi que leurs origines sont également présentées. L'évolution des contraintes internes dans les polycristaux dépend des propriétés anisotropes à l'échelle des grains constitutifs. Pour cette raison, ces propriétés sont analysées avant la considération des contraintes internes dans les matériaux polycristallins multiphasés. Les méthodes de la modélisation de l'évolution des efforts internes dans de tels matériaux sont alors discutées. Les méthodes d'interprétation des résultats expérimentaux de mesures de déformations élastiques par les techniques de diffraction, dans le cas des matériaux polycristallins, sont présentées et discutées.

### 1.2. Définitions et ordres des contraintes

Les contraintes et les déformations internes présentes dans un matériau polycristallin dépendent de l'historique de chargement. L'état final du champ de contrainte et de déformation peut être décrit à différentes échelles. Dans ce travail on distinguera trois ordres de contraintes internes, classés selon l'échelle à laquelle on considère le matériau et qui peuvent être évaluées par les techniques de diffraction. Ce classement a été proposé par Macherauch ([Mac,86]) et reste communément admis.

#### 1.2.1. Les contraintes du 1<sup>er</sup> ordre ( $\sigma^I$ , macro)

Ces contraintes sont homogènes sur un très grand nombre de domaines cristallins du matériau (plusieurs grains). Elles définissent la contrainte moyenne dans une phase d'un matériau multiphasé. Dans le cas d'un matériau monophasé, la contrainte de premier ordre est équivalente à la macrocontrainte ( $\sigma_{ij}^I = \sigma_{ij}^M$ ), calculée comme étant la moyenne dans un volume

donné de l'échantillon. Par exemple, pour un volume élémentaire,  $V$ , utilisé dans une mesure par diffraction on a:

$$\sigma_{ij}^M = \frac{1}{V} \int_V \sigma_{ij}(r) dV = \sum_g^N f^g \sigma_{ij}^g \quad (1.1)$$

où  $\sigma_{ij}^M$  est la macrocontrainte,  $N$  est le nombre total de grains,  $\sigma_{ij}(r)$  est la contrainte locale dans une position  $r$ ,  $f^g = \frac{V_g}{V}$  et  $\sigma_{ij}^g$  sont respectivement la fraction volumique et la contrainte moyenne du grain  $g$  ayant un volume  $V_g$ .

Dans les matériaux multiphasés soumis à des chargements thermiques et/ou mécaniques, différentes propriétés des phases entraînent différentes contraintes réparties dans ces phases. Ces contraintes sont considérées de premier ordre et correspondent à la moyenne d'un grand nombre de grains appartenant à une phase particulière  $ph$  :

$$\sigma_{ij}^{ph} = \frac{1}{V_{ph}} \int_{V_{ph}} \sigma_{ij}(r) dV = \sum_g^{N_{g/ph}} f^{g/ph} \sigma_{ij}^g \quad (1.2)$$

avec  $\sigma_{ij}^{ph}$  est la contrainte dans la phase  $ph$ ,  $N_{g/ph}$  et  $V_{ph}$  sont respectivement le nombre total de grains et le volume des grains qui appartiennent à la phase  $ph$ , et  $f^{g/ph} = \frac{V_g}{V_{ph}}$  est la fraction volumique du grain  $g$  relatif au volume  $V_{ph}$ .

Les contraintes peuvent être déterminées indépendamment pour chacune des phases du matériau en utilisant les techniques de diffraction.

### 1.2.2. Les contraintes du 2<sup>ème</sup> ordre ( $\sigma^H$ , méso)

Dans le cas des matériaux polycristallins, la contrainte dans le grain  $\sigma_{ij}^g$  est due aux différents comportements des cristallites ayant différentes orientations cristallines. Ces contraintes sont à l'origine de l'anisotropie des coefficients de dilatation thermique, des constantes d'élasticité ou de comportement plastique du grain  $g$ . Les déviations des contraintes dans les grains par rapport aux contraintes de premier ordre  $\sigma_{ij}^I$  sont appelées les contraintes de second ordre. Elle sont définies par :

$$\sigma_{ij}^{Hg} = \sigma_{ij}^g - \sigma_{ij}^I \quad (1.3)$$

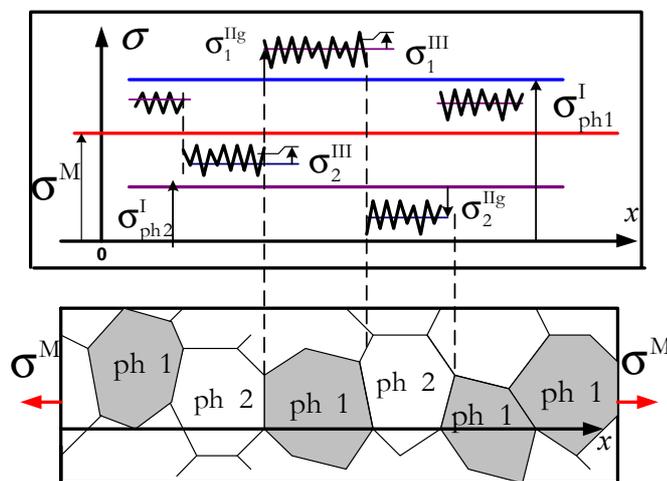
où  $\sigma_{ij}^I = \sigma_{ij}^M$  dans le cas d'un matériau monophasé et  $\sigma_{ij}^I = \sigma_{ij}^{ph}$  dans le cas d'un matériau multiphasé.

### 1.2.3. Les contraintes du 3<sup>ème</sup> ordre ( $\sigma^{III}$ , micro)

Ces contraintes caractérisent les hétérogénéités dans un grain. Elles sont dues aux champs de contrainte locaux autour des défauts du réseau. Les forces internes liées à ces contraintes sont en équilibre dans de très petits domaines :

$$\sigma_{ij}^{III}(\mathbf{r}) = \sigma_{ij}(\mathbf{r}) - \sigma_{ij}^g \quad (1.4)$$

Les contraintes d'ordre I correspondent donc à une moyenne des contraintes dans un grand nombre de grains. Les contraintes d'ordre II et III correspondent à des modifications des densités de défaut (dislocations, maclages...) et à la distorsion du réseau cristallin (Fig 1.1).



**Fig 1.1.** Illustration des contraintes selon leurs échelles dans un matériau biphasé sous un chargement mécanique

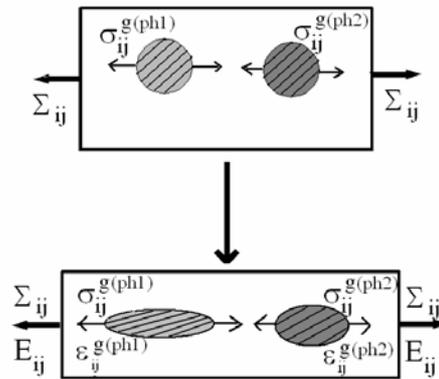
Le terme « contraintes résiduelles » décrit toute contrainte qui existe dans un corps si toutes les sollicitations extérieures sont enlevées. Les contraintes résiduelles expriment l'état mécanique interne lié à la présence des discontinuités structurales du matériau à différentes échelles (joint de grain, inclusions, précipités, lacunes et dislocations...). Il s'agit de contraintes multiaxiales statiques qui persistent dans un corps isolé non soumis à des efforts extérieurs et en équilibre mécanique.

Les contraintes résiduelles, qui sont donc des contraintes internes auto-équilibrantes ([Mur,82]), sont la conséquence des hétérogénéités de déformation plastique que peuvent engendrer des sollicitations mécaniques ou thermiques par écoulement plastique, changement de phase avec modification de volume, contraction ou dilatation thermique. Ces déformations plastiques sont la source d'incompatibilités locales que compensent les déformations élastiques engendrées par les contraintes internes.

Il est donc rare, voire impossible, de rencontrer un matériau industriel dans lequel aucune contrainte résiduelle n'est présente. Son état de contraintes résiduelles résulte de la superposition des contraintes de 1<sup>er</sup>, 2<sup>ème</sup> et 3<sup>ème</sup> ordre.

### 1.3. Origines physiques des contraintes à l'échelle du grain

Afin de décrire les différents types de contraintes, l'influence des chargements appliqués au volume élémentaire  $V$  sur les contraintes à l'échelle du grain doit être établie. Il est à noter que les constantes d'élasticité du grain, varient avec l'orientation du cristal et peuvent différer significativement entre des grains appartenant à des phases différentes d'un matériau multiphasé. Par conséquent, les différentes valeurs des contraintes dans les grains  $\sigma_{ij}^g$  résultent de leurs réponses élastiques à un chargement appliqué  $\sigma_{mn}^M = \Sigma_{ij}$  sur le volume d'étude considéré  $V$  (Fig 1.2).



**Fig 1.2.** Contraintes dans les grains des matériaux polycristallins biphasés, résultant d'un chargement localisé sur la frontière du volume  $V$  ([Bac,03]).

En élasticité linéaire, la contrainte dans le grain  $\sigma_{ij}^{g(él)}$  est liée aux macrocontraintes :

$$\sigma_{ij}^{g(él)} = B_{ijmn}^g \sigma_{mn}^M \quad (1.5)$$

Où  $B_{ijmn}^g$  est le tenseur de concentration des contraintes. Généralement,  $B_{ijmn}^g$  dépend de la structure interne du matériau telle que l'anisotropie élastique du grain et de la pièce, l'interaction élastique entre les grains et la présence de différentes phases. Il est calculé pour chaque grain dans le volume  $V$  en utilisant différents modèles ([Mur,93], [Lip,89], [Cly,93]).

Dans un échantillon soumis à un chargement mécanique ou thermique, les contraintes dans les grains  $\sigma_{ij}^g$  sont souvent différentes des valeurs données dans l'Eq1.5. Ces différences sont dues aux variations de la forme ou du volume de grains particuliers dans l'agrégat

polycristallin et peuvent être décrites par les contraintes d'incompatibilité  $\sigma_{ij}^{g(\text{inc})}$  qui subsistent dans le matériau même si les efforts extérieurs appliqués au volume élémentaire  $V$  sont enlevés, c'est à dire quand  $\sigma_{mn}^M \rightarrow 0$ . En tenant compte des propriétés dans le régime élastique linéaire, les contraintes dans le grain peuvent être exprimées en superposant le terme dépendant de la contrainte macroscopique appliquée ( $\sigma_{ij}^{g(\text{él})}$ ) défini dans l'Eq1.5 et le terme créé par l'incompatibilité de grains particuliers ( $\sigma_{mn}^{g(\text{inc})}$ ):

$$\sigma_{ij}^g = \sigma_{ij}^{g(\text{él})} + \sigma_{ij}^{g(\text{inc})} . \quad (1.6)$$

En utilisant l'Eq1.5, l'équation précédente s'écrit sous la forme suivante:

$$\sigma_{ij}^g = B_{ijmn}^g \sigma_{mn}^M + \sigma_{mn}^{g(\text{inc})} . \quad (1.7)$$

Dans le paragraphe qui suit, les deux termes indépendants de l'Eq1.7 seront décrits pour un matériau monphasé et multiphasé. Ainsi, les contraintes dans les phases et les contraintes ayant différentes origines physiques seront définies.

### 1.3.1. Contraintes introduites par l'hétérogénéité et l'anisotropie élastique

Dans le cas des matériaux multiphasés, la contrainte dans la phase, générée par le chargement appliqué au volume  $V$ , est reliée à la macrocontrainte (voir Fig 1.1 et 1.2). Elle est donnée par :

$$\sigma_{ij}^{\text{ph}(\text{él})} = \sum_g^{N_{g/\text{ph}}} f^{g/\text{ph}} B_{ijmn}^g \sigma_{mn}^M = B_{ijmn}^{\text{ph}} \sigma_{mn}^M \quad (1.8)$$

$$\sigma_{ij}^{\text{Hg}(\text{él})} = \sigma_{ij}^{g(\text{él})} - \sigma_{ij}^{\text{ph}} = \{B_{ijmn}^g - B_{ijmn}^{\text{ph}}\} \sigma_{mn}^M \quad (1.9)$$

où  $B_{ijmn}^{\text{ph}} = \sum_g^{N_{g/\text{ph}}} f^{g/\text{ph}} B_{ijmn}^g$  est le tenseur de concentration moyen calculé pour tous les grains  $N_{g/\text{ph}}$  qui appartiennent à la phase  $\text{ph}$ . (Voir Eq.1.1).

Généralement, les contraintes dans les phases  $\sigma_{ij}^{\text{ph}}$  diffèrent de la contrainte du matériau  $\sigma_{mn}^M$ . Ceci est dû aux différents comportements élastiques des phases. Si en présence des contraintes de premier ordre, les grains présentent une variation de l'anisotropie élastique et des hétérogénéités, des contraintes de second ordre  $\sigma_{ij}^{\text{Hg}}$  seront créées. Ces contraintes introduites par l'anisotropie élastique ( $\sigma_{ij}^g$ ,  $\sigma_{ij}^{\text{ph}}$  et  $\sigma_{ij}^{\text{Hg}}$ ) sont proportionnelles à la valeur de la contrainte extérieure et disparaissent quand  $\sigma_{mn}^M$  est nulle. Ainsi, si la structure interne de l'échantillon est connue, ces contraintes peuvent être calculées à partir de  $\sigma_{mn}^M$ .

### 1.3.2. Les contraintes d'incompatibilité

Différents types de contraintes d'incompatibilité peuvent exister dans les matériaux multiphasés. En absence d'efforts externes (c.à.d si  $\sigma_{mn}^M = 0$ ), les contraintes dans les phases sont définies comme suit :

$$\sigma_{ij}^{ph(inc)} = \sum_g^{N_{g,ph}} f^{g/ph} \sigma_{ij}^{g(inc)} \quad (1.10)$$

$$\sigma_{ij}^{IIg(inc)} = \sigma_{ij}^{g(inc)} - \sigma_{ij}^{ph(inc)} \quad (1.11)$$

La valeur moyenne des contraintes d'incompatibilité calculée dans tout le volume  $V$  considéré (contenant un grand nombre de grains) est nulle. La somme de ces contraintes se réduit à zéro en appliquant la loi des mélanges définie par l'Eq.1.10 :

$$\sum_{ph}^{N_{ph}} f^{ph} \sigma_{ij}^{ph(inc)} = 0 \quad (1.12)$$

$$\sum_g^{N_{g,ph}} f^{g/ph} \sigma_{ij}^{IIg(inc)} = 0 \quad (1.13)$$

où  $f^{ph} = \frac{V^{ph}}{V}$  est la fraction volumique de la phase  $ph$  et  $N_{ph}$  est le nombre de phases.

Les raisons principales de la création de contraintes  $\sigma_{in}^{g(inc)}$  non nulles sont la variation du coefficient de dilatation thermique et le caractère anisotrope de la déformation plastique dans différents grains. Ces deux phénomènes sont décrits ci-dessous.

#### 1.3.2.1. Contraintes d'incompatibilité plastique

Le processus de la déformation plastique mène à un changement de la forme du grain tandis que le volume du grain demeure inchangé. Dans un matériau polycristallin monophasé, les contraintes d'incompatibilité plastique qui sont créées durant la déformation plastique sont dues à l'anisotropie de l'écoulement plastique des différents grains. Dans le cas d'un matériau multiphasé, le processus de déformation est plus complexe que dans le cas d'un monophasé. Ceci est dû aux différentes propriétés des deux phases. Une déformation additionnelle des grains se produit et mène à différentes valeurs de la contrainte moyenne, qui peuvent être déterminées indépendamment pour chaque phase en utilisant les techniques de diffraction. Ainsi, deux types de contraintes d'incompatibilité plastique se produisent dans un matériau biphasé :

- ⇒ La contrainte moyenne dans la phase ( $ph$ ) considérée:  $\sigma_{ij}^{ph(inc)}$ ,
- ⇒ La contrainte de second ordre décrivant la variation des contraintes dans les grains de la phase ( $ph$ ) considérée.

### **1.3.2.2. Contraintes d'incompatibilité thermique**

Les contraintes d'incompatibilité thermique apparaissent à cause de la variation des coefficients de dilatation thermique dans les grains. Dans ce cas, non seulement la forme des grains qui change (comme dans le cas de la plasticité pure), mais également les volumes des grains peuvent différer de manière significative de ceux qui les entourent. Généralement, le coefficient de dilatation thermique diffère d'une phase à une autre d'un matériau polycristallin multiphasé. Pendant un processus thermique, des changements de volume se produisent pour des grains appartenant à diverses phases et par conséquent, des contraintes hydrostatiques sont créées.

Dans le cas général, les contraintes d'incompatibilité plastique et thermique ne peuvent pas être séparées. Cependant, si le caractère du processus et les propriétés du matériau sont connus, l'évolution de la contrainte d'incompatibilité qui domine peut être étudiée. Dans cet objectif, les modèles basés sur la physique des matériaux doivent être utilisés afin d'interpréter les contraintes mesurées expérimentalement.

## **1.4. Déformation élastoplastique et comportement local à l'échelle du grain**

Différents modèles peuvent être utilisés afin d'étudier le comportement élastoplastique des matériaux polycristallins. La méthode des éléments finis est bien adaptée dans la prédiction de la déformation dans des structures de géométries complexes soumises à différents types de chargement. De telles modélisations sont basées sur les paramètres phénoménologiques qui caractérisent les propriétés élastoplastiques du matériau. Dans les procédures classiques en éléments finis, le polycristal est considéré comme un milieu continu. D'autres méthodes et modèles complémentaires sont basées sur la prédiction du comportement élastoplastique du grain à l'intérieur du matériau polycristallin. Ces modèles sont très commodes dans l'étude théorique des propriétés mécaniques aux échelles microscopiques et macroscopiques. La comparaison des résultats expérimentaux avec les prédictions de ces modèles permet de comprendre les phénomènes physiques qui apparaissent durant la déformation élastoplastique.

Les modèles les plus simples de la déformation élastique, proposées par Voigt et Reus ([Voi,28] et [Reu,29]), sont basés sur les hypothèses complémentaires de l'homogénéité des déformations ou des contraintes dans le matériau polycristallin. Des hypothèses similaires appliquées pour déterminer les déformations plastiques ont été utilisées par Taylor [Tay,38] et par Sachs [Sac,28]. Ensuite, une famille de modèles basés sur l'idée de Taylor et en introduisant différentes modifications concernant la relaxation de certains composants du tenseur de contraintes ou de déformations, ont été développés (voir par exemple [VanH,82] et [Can,85]). Dans ces modèles, seule la texture cristallographique est prise en compte, la structure granulaire du polycristal est négligée. Un nouveau concept de la modélisation auto-cohérente des propriétés

élastiques des matériaux hétérogènes a été introduit par Kröner ([Krö,58,61]). Hill a appliqué cette idée dans le cas de l'élastoplasticité ([Hil,65]). Le développement de l'approche auto-cohérente est étroitement relié au travail fondamental d'Eshelby concernant la description de l'interaction entre l'inclusion ellipsoïdale et la matrice qui l'entoure ([Esh,57]). Cette solution a permis de tenir compte dans la modélisation, en plus de la texture cristallographique, de l'évolution de la forme du grain et de son orientation.

Un autre formalisme a été proposé pour les cristaux viscoplastiques, où les équations constitutives dépendantes de la vitesse de déformation sont utilisées (par exemple [Mo1,87], [Neb,01], [Liu,03]).

L'envie par la suite d'affiner les résultats et notamment de modéliser les contraintes a conduit les chercheurs à développer d'autres modèles qui prennent en compte la partie élastique de la déformation. Les modèles développés dans cette optique sont les modèles élastoviscoplastique (par exemple [Can,91] et [Paq,98]) et élastoplastique ([Lip,89]) qui reprennent les modèles rigides plastiques et viscoplastiques en tenant compte de l'élasticité. Dans le paragraphe suivant, on s'intéressera plus précisément aux modèles de l'élastoplasticité. En effet, ce type de modèles a été retenu dans le cadre de notre étude dans la mesure où il rend compte au mieux des phénomènes physiques que nous cherchons à analyser.

Les premières applications du schéma auto-cohérent ont été réalisées par Hutchinson, Berveiller et Zaoui dans le cas de la théorie des petites déformations élastoplastiques ([Hut,64], [Ber,79]). Iwakuma et Nemat-Nasser ont proposé une extension du schéma élastoplastique de Hill dans le cas des transformations élastoplastiques finies et ils ont appliqué le modèle ainsi obtenu en bidimensionnel ([Iwa,84]). D'autres approches plus générales, basées sur les équations cinématiques, ont été développées par Lipinski et Berveiller. Elles ont été appliquées avec succès pour un volume élémentaire représentatif tridimensionnel pour les grandes transformations ([Lip,89;92;95]).

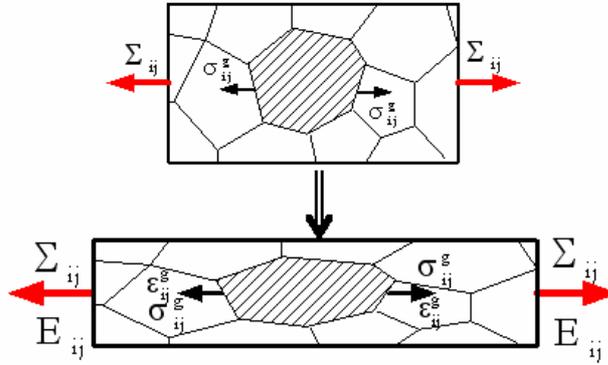
Le modèle élastoplastique, indépendant de la vitesse, basé sur la dernière approche est utilisé dans ce travail ([Bac,94;00a;03] et [Zat,00]). Dans les paragraphes qui suivent une description des principaux aspects des modèles auto-cohérents pour la déformation élastoplastique est présentée.

#### **1.4.1. Description macroscopique de la déformation élastoplastique**

L'objectif de la modélisation élastoplastique est de décrire les processus physiques qui se déroulent dans le matériau polycristallin durant une déformation. Dans de tels modèles, le comportement du grain cristallin, à l'intérieur du matériau polycristallin et sous un chargement mécanique  $\Sigma_{ij}$ , est étudié. Les calculs sont effectués à deux échelles différentes:

- L'échelle macroscopique, où les macro-déformations moyennes élastiques  $E_{ij}^{(el)}$  et plastiques  $E_{ij}^{(pl)}$  sont définies ;

- L'échelle du grain, dans laquelle le comportement de chaque cristal ayant une contrainte  $\sigma_{ij}^g$  est analysé (Fig 1.3).



**Fig 1.3.** Déformation élastoplastique du matériau sous un chargement appliqué  $\Sigma_{ij}$

Le comportement élastoplastique d'un matériau polycristallin durant un essai de traction uniaxiale permet de distinguer deux parties caractéristiques de la déformation. Une 1<sup>ère</sup> partie linéaire qui représente l'élasticité pure décrite par le tenseur des constantes d'élasticité et qui relie les contraintes appliquées ( $\Sigma_{ij}$ ) aux déformations élastiques ( $E_{ij}^{(el)}$ ) du matériau :

$$\Sigma_{ij} = C_{ijkl} E_{kl}^{(el)} \quad \text{ou} \quad E_{kl}^{(el)} = S_{ijkl} \Sigma_{kl} \quad (1.14)$$

Où  $C$  et  $S$  sont les tenseurs macroscopiques des constantes d'élasticité et de souplesse tel que  $C=S^{-1}$ .

La seconde partie d'une courbe de traction représente le caractère non linéaire dû à la déformation élastoplastique. Par conséquent, pour décrire le comportement macroscopique du matériau, la relation entre les taux d'accroissement de déformations macroscopiques totales et les taux de contraintes macroscopiques doit être connue, c.à.d :

$$\dot{\Sigma}_{ij} = L_{ijkl}(\mathbf{E}, \dot{\mathbf{E}}) \dot{E}_{kl} \quad \text{où} \quad \dot{E}_{ij} = L_{ijkl}^{-1}(\mathbf{E}, \dot{\mathbf{E}}) \dot{\Sigma}_{kl} \quad (1.15)$$

Où  $L$  est le tenseur macroscopique des modules tangents qui dépend de l'historique du matériau,  $\dot{\Sigma}_{ij}$  et  $\dot{E}_{ij}$  sont les valeurs des taux de déformations et de contraintes appliquées. Le point définit la dérivation par rapport au temps  $\frac{\partial}{\partial t}$ .

Dans ce travail, on s'intéressera aux modèles décrivant la plasticité due à un taux infinitésimal de macrodéformation ( $\dot{E}_{ij} \rightarrow 0$ ) et qui correspondent à la formulation indépendante du temps. Avec

cette formulation, le tenseur  $\mathbf{L}$  ne dépend pas du taux de macrodéformation  $\dot{\mathbf{E}}_{ij}$  et l'équation 1.15 peut être simplifiée :

$$\dot{\Sigma}_{ij} = L_{ijkl}(\mathbf{E}) \dot{E}_{kl} \quad \text{ou} \quad \dot{E}_{ij} = L_{ijkl}^{-1}(\mathbf{E}) \dot{\Sigma}_{kl} \quad (1.16)$$

Cette formulation nous mène au modèle incrémental de la déformation élastoplastique:

$$E_{ij}^{(el)} = S_{ijkl} \Sigma_{kl} \quad \text{pour l'élasticité pure} \quad (1.17)$$

$$E_{ij} = \sum_{m=1}^M \left\{ L_{ijkl}^{-1} \Delta \Sigma_{kl} \right\}_m \quad \text{pour l'élastoplasticité} \quad (1.18)$$

où  $M$  est le nombre des incréments.

Afin d'utiliser les équations 1.17 et 1.18, pour la modélisation du comportement macroscopique d'un matériau polycristallin, les tenseurs  $\mathbf{C}$  et  $\mathbf{S}$  ainsi que le tenseur des modules tangents doivent être calculés. Pour cela, les phénomènes physiques qui interviennent à l'échelle du grain doivent être étudiés.

### 1.4.2. Comportement local du grain

Afin de prédire la déformation plastique à l'échelle du grain, il est nécessaire d'étudier les modifications qui se produisent durant le glissement et les autres phénomènes qui les accompagnent comme le maclage. Dans le modèle retenu et utilisé dans ce travail, et qu'on détaillera dans les paragraphes qui suivent, seul le glissement est pris en compte.

Considérons un grain polycristallin  $\mathbf{g}$ , soumis à des contraintes locales  $\sigma_{ij}^g$ , ayant comme vecteur de gradient de déplacement ( $e_{ij}^g$ ) défini par rapport au système des coordonnées de l'échantillon :

$$e_{ij}^g = u_{i,j}^g \quad (1.19)$$

où  $u_{i,j}^g = \frac{\partial u_i^g}{\partial x_j}$  et  $u_i^g$  est le vecteur déplacement défini pour un grain  $\mathbf{g}$  selon l'axe  $x_i$  du système

de coordonnées de la pièce  $\mathbf{X}$  (Fig 1.7). Le mouvement du grain peut être décrit par la dérivation temporelle du tenseur  $e^g$  qui peut être également considéré comme le vecteur vitesse  $\mathbf{v} = \dot{\mathbf{u}} = \frac{\partial \mathbf{u}}{\partial t}$  :

$$\dot{e}_{ij}^g = \dot{u}_{i,j}^g = v_{i,j}^g \quad (1.20)$$

Le gradient de vitesse ( $\dot{\epsilon}_{ij}^g$ ) peut être décomposé en un tenseur symétrique (le taux de déformation  $\dot{\epsilon}^g$ ) et en un tenseur antisymétrique (le taux de rotation  $\dot{\omega}_{ij}^g$ ), c-à-d :

$$\dot{\epsilon}_{ij}^g = \dot{u}_{i,j}^g = \dot{\epsilon}_{ij}^g + \dot{\omega}_{ij}^g \quad (1.21)$$

où  $\dot{\epsilon}_{ij}^g = \frac{1}{2}(\dot{\epsilon}_{ij}^g + \dot{\epsilon}_{ji}^g)$  et  $\dot{\omega}_{ij}^g = \frac{1}{2}(\dot{\epsilon}_{ij}^g - \dot{\epsilon}_{ji}^g)$ .

Dans le cas de la déformation élastoplastique du cristal, chaque terme de l'Eq 1.21 peut être décomposé en deux parties (élastique et plastique) :

$$\dot{\epsilon}_{ij}^g = \dot{u}_{i,j}^g = (\dot{\epsilon}_{ij}^{g(él)} + \dot{\epsilon}_{ij}^{g(pl)}) + (\dot{\omega}_{ij}^{g(él)} + \dot{\omega}_{ij}^{g(pl)}) \quad (1.22)$$

où g(él) et g(pl) désignent les termes élastique et plastique respectivement.

Afin de prédire la modification totale et le mouvement du grain, il est nécessaire de relier tous les termes du gradient de la vitesse à la contrainte dans le grain et à son taux de contrainte ( $\sigma_{ij}^g$  et  $\dot{\sigma}_{ij}^g$ ). Dans le cas du comportement élastique pur, la déformation d'un grain, due à la contrainte  $\sigma_{ij}^g$ , peut être trouvée par la théorie de l'élasticité :

$$\sigma_{ij}^g = c_{ijkl}^g \epsilon_{kl}^{g(él)} \quad \text{ou} \quad \epsilon_{kl}^{g(él)} = s_{ijkl}^g \sigma_{ij}^g \quad (1.23)$$

où les  $c_{ijkl}^g$  et  $s_{ijkl}^g$  sont les tenseurs de rigidité et de souplesse définis pour le grain **g** pour lequel la relation  $\mathbf{c} = \mathbf{s}^{-1}$  est vérifiée.

Des équations analogues peuvent être écrites pour les taux de déformation et de contrainte :

$$\dot{\sigma}_{ij}^g = c_{ijkl}^g \dot{\epsilon}_{kl}^{g(él)} \quad \text{et} \quad \dot{\epsilon}_{kl}^{g(él)} = s_{ijkl}^g \dot{\sigma}_{ij}^g \quad (1.24)$$

Afin de suivre l'évolution du grain durant la déformation plastique, le glissement dans les plans cristallographiques doit être étudié. D'après la loi de Schmid, le glissement peut être activé uniquement dans les systèmes de glissement  $[uvw](hkl)$  pour lesquels la contrainte résolue de cisaillement  $\sigma_{[uvw](hkl)}$  dépasse une valeur critique  $\tau_c$ , appelée cission critique, c-à-d :

$$\sigma_{[uvw](hkl)} = \tau_c \quad (1.25)$$

où  $\sigma_{[uvw](hkl)} = \frac{1}{2}(m_i n_j + n_i m_j) \sigma_{ij}^g$  est la contrainte résolue de cisaillement,  $\mathbf{n} = [n_1, n_2, n_3]$  est le vecteur unitaire normal au plan (hkl) et  $\mathbf{m} = [m_1, m_2, m_3]$  est le vecteur unitaire parallèle à la direction [uvw].  $\mathbf{n}$  et  $\mathbf{m}$  sont exprimés dans le système des coordonnées de l'éprouvette.

Lors de la déformation plastique, la multiplication des dislocations et l'évolution de leur distribution spatiale à l'intérieur d'un grain sont à l'origine de l'écrouissage ( $\tau_c$  augmente avec la déformation). Dans la description cinématique des systèmes de glissement, leur écrouissage peut être décrit approximativement par la matrice d'écrouissage H.

Par conséquent, le taux de la cission critique  $\dot{\tau}_c^t$ , dans le système de glissement, est donné selon Franciosi et al. ([Fra,80]), par :

$$\dot{\tau}_c^t = \sum_s H^{ts} \dot{\gamma}^s \quad (1.26)$$

où  $\dot{\gamma}^s$  est la vitesse de glissement plastique dans le système s et  $H^{ts}$  (composants de la matrice H) représentent l'interaction entre deux systèmes de glissement actifs s et t. L'interaction entre deux systèmes de glissement actifs (s et t) dépend de leur orientation géométrique relative et par conséquent ils peuvent être divisés en deux groupes. Les termes correspondant au faible écrouissage sont donnés par les  $H_w$  dans la matrice d'écrouissage, tandis que les termes correspondant au fort écrouissage sont représentés par  $H_s$  ([Fra,80]). Par conséquent, la matrice d'écrouissage est basée sur deux paramètres indépendants,  $H=H_w$  et  $A_H=H_s/H_w$ . Dans les modèles les plus simples, l'hypothèse d'un paramètre H constant pour le début de la déformation plastique mène à une loi d'écrouissage linéaire.

Les glissements sont à l'origine d'une rotation et d'une déformation significative du grain qui peuvent être décrites à travers des tenseurs des vitesses de déformation plastique  $\dot{\epsilon}_{ij}^{g(pl)}$  et du taux de rotation plastique  $\dot{\omega}_{ij}^{g(pl)}$  :

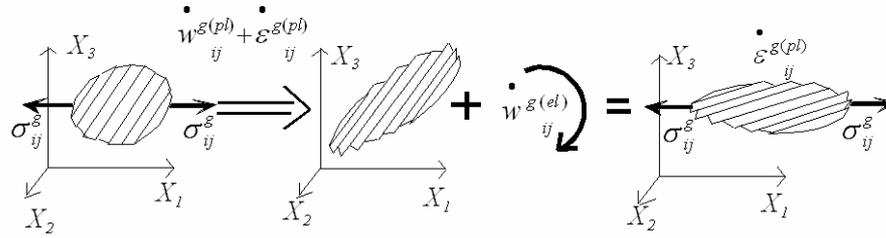
$$\begin{aligned} \dot{\epsilon}_{ij}^{g(pl)} &= \frac{1}{2} \sum_s (m_i^s n_j^s + n_i^s m_j^s) \dot{\gamma}^s = \sum_s R_{ij}^s \dot{\gamma}^s \\ \dot{\omega}_{ij}^{g(pl)} &= \frac{1}{2} \sum_s (m_i^s n_j^s - n_i^s m_j^s) \dot{\gamma}^s = \sum_s Q_{ij}^s \dot{\gamma}^s \end{aligned} \quad (1.27)$$

où  $R_{ij}^s = \frac{1}{2}(m_i^s n_j^s + n_i^s m_j^s)$  et  $Q_{ij}^s = \frac{1}{2}(m_i^s n_j^s - n_i^s m_j^s)$ .

Durant la déformation plastique, si l'échantillon n'effectue pas de rotation, le milieu qui entoure le grain considéré interdit sa rotation totale, c'est-à-dire  $\dot{\omega}_{ij}^g \approx 0$ , et va créer une vitesse de rotation élastique non nulle dans le grain,  $\dot{\omega}_{ij}^{g(el)}$ , qui compense le taux de rotation plastique  $\dot{\omega}_{ij}^{g(pl)}$  :

$$\dot{\omega}_{ij}^{g(pl)} + \dot{\omega}_{ij}^{g(el)} = \dot{\omega}_{ij}^g \approx 0 \Rightarrow \dot{\omega}_{ij}^{g(el)} \approx -\dot{\omega}_{ij}^{g(pl)} \quad (1.28)$$

Une rotation élastique du grain, va entraîner une rotation du réseau et par conséquent la texture cristallographique sera modifiée (Fig 1.4).



**Fig 1.4.** Modification de la texture cristallographique dans un grain ([Bac,05])

En utilisant les équations 1.22 et 1.24, le taux de la contrainte de cisaillement critique et le mouvement du grain peuvent être exprimés par le glissement plastique  $\dot{\gamma}^s$  dans les systèmes de glissement actifs qui doit être donné explicitement ([Lef,68], [Lef,75], [Wie,92], [Tar,93]) ou calculé par un modèle. Par exemple, dans le modèle auto-cohérent (paragraphe 1.3.3) les valeurs du glissement plastique sont exprimées par le tenseur de déformation totale ([Lip,95]) :

$$\dot{\gamma}^s = \sum_t M^{st} R_{ij}^t c_{ijkl}^g \dot{\epsilon}_{kl}^g \quad (1.29)$$

où le tenseur  $\dot{\epsilon}^g$  est connu d'après le modèle et  $M = (H + R : c^g : R)^{-1}$  ( $R$  est définie dans l'équation 1.27 et le produit « : » définit la double contraction de deux tenseurs). La sommation est calculée pour tous les systèmes actifs. Plus de détails peuvent être trouvés dans ([Lip,95]).

L'évolution des contraintes  $\sigma_{ij}^g$  doit être décrite. Le taux  $\dot{\sigma}_{ij}^g$  peut être calculé d'après le taux de déformation totale  $\dot{\epsilon}_{ij}^g$  par l'approche auto-cohérente :

$$\dot{\sigma}_{ij}^g = l_{ijkl}^g \dot{\epsilon}_{kl}^g \quad (1.30)$$

où:  $l_{ijkl}^g = \left( c_{ijkl}^g - \sum_{st} c_{ijkl}^g R_{kl}^s M^{st} R_{ij}^t c_{ijkl}^g \right)$  est le module tangent local et s et t dénombrent les systèmes actifs ([Lip,89,95]).

Cette dernière équation, appelée la relation constitutive, définit le tenseur des modules tangents locaux ( $I^g$ ) et permettra le calcul du module tangent ( $L$ ) en utilisant le schéma auto-cohérent.

Comme dans les modèles de type Taylor ([Tay,38]), le tenseur des vitesses de déformations plastiques est limité à des systèmes de glissement actifs linéairement indépendants. Le critère de charge maximale est opté dans le modèle auto-cohérent utilisé dans ce travail. Dans ce critère, la

combinaison des systèmes actifs correspond à ceux qui sont les plus chargés (pour lesquels la différence  $|\sigma_{[uvw](hkl)} - \tau_c|$  est la plus élevée, cf. équation 1.25). Ils sont activés simultanément. Cinq systèmes de glissement, au maximum, les plus chargés et linéairement indépendants seront supposés activés (il est possible d'utiliser moins que cinq systèmes de glissement). Les différentes quantités, définies ci-dessus, décrivent les phénomènes physiques qui apparaissent dans un matériau polycristallin durant la déformation élastoplastique:

- Multiplication des dislocations et évolution de leur distribution spatiale dans un grain qui conduisent à l'écroutissage (l'augmentation de la cission critique  $\tau_c$  avec la déformation) (Eq.1.26)
- Changements des orientations du réseau cristallin qui mènent à la formation de la texture ( $\dot{\omega}_{ij}^{g(\text{él})}$  donnée par l'équation 1.27 et 1.28)
- Modification de la forme du grain ( $\dot{\epsilon}_{ij}^{g(\text{pl})}$  et  $\dot{\epsilon}_{ij}^{g(\text{él})}$  donnée par l'équation 1.27)
- Modification des contraintes dans le grain ( $\dot{\sigma}_{ij}^g$  donnée par l'équation 1.30)

Comme mentionné précédemment, pour décrire la déformation élastoplastique macroscopique, les processus ci-dessus doivent être considérés à l'échelle du grain. Par conséquent, l'idée de la théorie de transition d'échelle reliant les paramètres micros et macros doit être utilisée pour les matériaux polycristallins. Les différentes relations entre ces deux grandeurs doivent donc être établies :

$$\left\{ \dot{\Sigma}_{ij}, \dot{E}_{ij} \right\} \Leftrightarrow \left\{ \dot{\sigma}_{ij}^g, \dot{\epsilon}_{ij}^g \right\} \quad (1.31)$$

### 1.4.3. Formulation du modèle élastoplastique auto-cohérent

Dans le modèle auto-cohérent, la théorie de transition d'échelle est basée sur l'hypothèse de l'existence d'un tenseur de localisation  $A^g$  reliant le taux de macrodéformation  $\dot{E}_{kl}$  au taux de déformation du grain  $\dot{\epsilon}_{ij}^g$  :

$$\dot{\epsilon}_{ij}^g = A_{ijkl}^g \dot{E}_{kl} \quad (1.32)$$

A l'échelle macroscopique, le matériau polycristallin est approximé par un milieu homogène continu caractérisé par le tenseur effectif des modules tangents  $L^{eff}$  qui relie les taux de déformation et de contrainte :

$$\dot{\Sigma}_{ij} = L_{ijkl}^{eff} \dot{E}_{kl} \quad (1.33)$$

où  $\dot{\Sigma}_{ij}$  et  $\dot{E}_{kl}$  sont les tenseurs des taux de déformation et de contrainte macroscopiques, respectivement.

Sachant que le comportement du grain peut être décrit par :

$$\dot{\sigma}_{ij}^g = l_{ijkl}^g \dot{\epsilon}_{kl}^g \quad (1.34)$$

le tenseur effectif peut être exprimé par :

$$L_{ijkl}^{eff} = \sum_{g=1}^{N_g} f^g l_{ijkl}^g A_{mnl}^g \quad (1.35)$$

où :  $f^g$  est la fraction volumique du grain  $g$  et  $N_g$  est le nombre de grains.

La méthode auto-cohérente permet de trouver le tenseur de localisation  $A^g$  (voir Eq 1.32) pour lequel les équations locales et globales données par les Eqs 1.33 et 1.34 sont vérifiées.

Dans ce travail, le formalisme proposé dans [Ber,79] et [Lip,89] est utilisé dans le calcul du tenseur de localisation  $A^g$ . D'après cette approche, le comportement élastoplastique local (dans la position  $r$ ) du corps étudié est exprimé par la relation :

$$\dot{\sigma}_{ij}(r) = l_{ijkl}(r) \dot{\epsilon}_{kl}(r) \quad (1.36)$$

où  $\dot{\sigma}_{ij}(r)$  et  $\dot{\epsilon}_{kl}(r)$  sont les tenseurs des taux de déformation et de contrainte locaux respectivement et  $l_{ijkl}(r)$  correspond aux propriétés tangentes locales du matériau dans la position  $r$ .

En partant des équations d'équilibre et en imposant les conditions cinématiques aux limites sur le volume élémentaire représentatif du corps étudié ([Fran,95]), le taux de déformation au point  $r$  peut être exprimé par l'équation suivante:

$$\dot{\epsilon}_{ij}(r) = \dot{\epsilon}_{ij}^0 + \int_V \Gamma_{ijkl}(r-r') \delta l_{klmn}(r') \dot{\epsilon}_{mn}(r') dV' \quad (1.37)$$

où  $\Gamma(r-r')$  est le tenseur de Green modifié,  $\dot{\epsilon}^0$  est le tenseur de taux de déformation du milieu homogène caractérisé par le module élastoplastique  $L^0$ ,  $L^0$  est le tenseur macroscopique des modules tangents du milieu homogène représentant les propriétés du matériau considéré et  $\delta l(r') = l(r') - L^0$ .

Pour obtenir l'approximation auto-cohérente d'un matériau polycristallin, deux simplifications ont été introduites :

- La structure du matériau est considérée granulaire et la forme des grains est approximée par un ellipsoïde.

- Les propriétés tangentes ainsi que les variations des taux de déformation locaux sont considérées homogènes à l'intérieur des grains. Les valeurs moyennes  $l_{ijkl}^g$  et  $\dot{\epsilon}_{ij}^g$  correspondent donc à une approximation du comportement réel.

D'après les hypothèses qui précèdent, ces équations peuvent être simplifiées comme suit :

$$l_{ijkl}(\mathbf{r}) = \sum_{g=1}^{N_g} l_{ijkl}^g \theta^g(\mathbf{r}), \quad \dot{\epsilon}_{ij}(\mathbf{r}) = \sum_{g=1}^{N_g} \dot{\epsilon}_{ij}^g \theta^g(\mathbf{r}) \quad \text{et} \quad \delta l_{ijkl}(\mathbf{r}) = \sum_{g=1}^{N_g} \Delta l_{ijkl}^g \theta^g(\mathbf{r}) \quad (1.38)$$

où  $\Delta l^g = l^g - l^0$ ,  $N_g$  est le nombre des inclusions qui représentent les grains et

$$\theta^g(\mathbf{r}) = \begin{cases} 1 & \text{pour } \mathbf{r} \in V_g \\ 0 & \text{pour } \mathbf{r} \notin V_g \end{cases}, \quad V_g \text{ est le volume de l'inclusion } g.$$

Finalement l'intégrale de l'Eq 1.37 prendra la forme suivante:

$$\dot{\epsilon}_{ij}(\mathbf{r}) = \dot{\epsilon}_{ij}^0 + \sum_{h=1}^{N_g} T_{ijkl}^{gh} \Delta l_{klmn}^h \dot{\epsilon}_{mn}^h \quad (1.39)$$

Cette solution correspond à l'extension, dite « *multi-site* », du modèle auto-cohérent classique, permettant de décrire les interactions entre les inclusions  $h$  et  $g$ , par l'intermédiaire du tenseur d'interaction  $T^{gh}$  défini par l'expression suivante :

$$T_{ijkl}^{gh} = \frac{1}{V} \int_{V_g} \int_{V_h} \Gamma_{ijkl}(\mathbf{r} - \mathbf{r}') dV' dV \quad (1.40)$$

Si le matériau homogène de référence est remplacé par celui ayant les propriétés effectives, c-à-d si :

$$L_{ijkl}^0 = L_{ijkl}^{eff} \quad (1.41)$$

alors les interactions à grande distance données par le tenseur  $T^{gh}$  (avec  $g \neq h$ ) peuvent être négligées comparées aux interactions à courtes distances décrites par le tenseur  $T^{gg}$ . Dans ce cas l'approximation auto-cohérente « *unisite* » de l'Eq 1.39 est obtenue :

$$\dot{\epsilon}_{ij}^g = \dot{E}_{ij} + T_{ijkl}^{gg} \Delta l_{ijkl}^g \dot{\epsilon}_{mn}^g \quad (1.42)$$

Dans cette équation,  $\dot{\epsilon}_{ij}^0$  a été remplacée par  $\dot{E}_{ij}$ . Le taux de déformation est appliqué sur la frontière du volume considéré. Le tenseur  $T^{gg}$  peut être calculé pour un tenseur  $L^0 = L^{eff}$  connu

en supposant une forme ellipsoïdale de l'inclusion incorporée dans un milieu homogène ([Lip,95]).

Finalement, l'Eq 1.42 peut être transformée pour aboutir à la relation de concentration suivante :

$$\dot{\epsilon}^g = (\mathbf{I} - \mathbf{T}^{gg} : \Delta \mathbf{l}^g)^{-1} \dot{\mathbf{E}} = \mathbf{A}^g : \dot{\mathbf{E}} \quad \text{et} \quad \dot{\sigma}^g = \mathbf{B}^g \dot{\Sigma} = \mathbf{l}^g : \mathbf{A}^g : (\mathbf{L})^{-1} \dot{\Sigma} \quad (1.43)$$

où :

$$\mathbf{A}^g = (\mathbf{I} - \mathbf{T}^{gg} : \Delta \mathbf{l}^g)^{-1} \quad (1.44)$$

et  $\mathbf{I}$  est le tenseur identité. (Dans ces deux équations 1.43 et 1.44, les indices des vecteurs et des tenseurs ne sont pas notés afin de les éclaircir)

Connaissant le tenseur  $\mathbf{A}^g$  pour chaque grain, le tenseur effectif des modules tangents peut être calculé en utilisant l'équation 1.35. Cependant, la solution de l'équation 1.44 n'est pas directement obtenue, puisque le calcul du tenseur  $\mathbf{A}^g$  nécessite le calcul des tenseurs  $\mathbf{T}^{gg}$  et par conséquent du tenseur  $\mathbf{L}^{eff}$ . Différentes formulations incrémentales peuvent être appliquées pour la modélisation numérique de la déformation élastoplastique et la sélection des systèmes de glissement actifs. Dans ce travail, l'algorithme auto-cohérent classique, utilisant le critère de charge maximale est donc utilisé ([Bac,94;00;03] et [Zat,00]).

## 1.5. Techniques de détermination des contraintes

De nombreuses techniques de détermination de l'état de contraintes dans un matériau sont disponibles. Toutes sont basées sur la mesure de la déformation. Ces techniques sont classées en destructives ou non destructives, et sont choisies selon la nécessité ou non de la réutilisation d'une pièce après la mesure des déformations.

### 1.5.1. Techniques destructives

Les techniques destructives permettent de déterminer seulement les macrocontraintes. Parmi les avantages de ces méthodes mécaniques on note leur application relativement simple, leur prix réduit et la rapidité des résultats. Quelques unes parmi ces techniques destructives sont brièvement décrites ci-dessous.

#### 1.5.1.1. Méthode du trou incrémentale (Hole drilling)

C'est une méthode largement répandue, proposée depuis plus de six décades ([Mat,34]). Un trou ayant comme profondeur 1,5 fois son diamètre est percé ([Nik,85]). La relaxation de la déformation est mesurée par trois jauges de déformation dans une rosette placée autour du trou. Les incréments de profondeur des trous dépendent principalement de la précision de l'outil de coupe. Les déformations sont mesurées à chaque niveau de profondeur du trou ([Hau,97]).

### **1.5.1.2. Méthode du trépan (Ring coring)**

C'est une méthode semblable à la méthode du trou. Des fentes annulaires, remplaçant les trous, sont usinées autour d'une jauge de déformation fixée sur la surface ([Wo1,71]). La distribution des contraintes résiduelles en surface et dans le cœur du matériau est calculée à partir des déformations mesurées.

Les limitations générales de ces deux méthodes de trou et de trépan sont :

- (i) Les forts gradients de contraintes doivent être évités puisque le gradient est supposé constant sur la hauteur du trou ou le diamètre du trépan ;
- (ii) L'épaisseur de l'échantillon doit être au moins quatre fois le diamètre du trou ou du trépan ;
- (iii) La distance entre deux trous ou trépan doit être au moins huit fois plus grande que leurs diamètres.

### **1.5.1.3. La méthode de Sachs**

Elle est également basée sur le même principe de mesure de la déformation relaxée après un enlèvement de couches concentriques du matériau. Un trou axial est d'abord percé et la déformation est mesurée pour chaque accroissement de l'incrément de diamètre du trou à l'aide d'une paire de jauges fixées sur la surface. Parmi les hypothèses de cette méthode est la nécessité d'avoir une pièce cylindrique de façon que la répartition des contraintes présente une symétrie de révolution. Cette méthode est surtout utilisée pour la mesure des contraintes d'origine thermique ou de traitement mécanique tel que le grenailage.

## **1.5.2. Techniques non destructives**

Les techniques non destructives sont basées sur la mesure de la distribution de la déformation du réseau cristallin (à l'aide des techniques de diffraction) ou bien la mesure de variations observées sur quelques propriétés physiques du matériau (l'interférométrie de moiré, les méthodes ultrasoniques et magnétiques). Quelques unes parmi ces techniques non destructives sont brièvement décrites ci-dessous.

### **1.5.2.1. Interférométrie de moiré**

C'est une méthode optique qui se sert de deux grilles composées de lignes d'une forte densité (étroitement espacées) afin de mesurer la déformation en surface. Une grille est fixée sur un plan transparent tandis que l'autre est placée sur la surface de l'échantillon et subit une distorsion due à la contrainte dans l'échantillon. En superposant la grille distordue directement à celle non distordue, des franges se forment. La déformation peut être calculée connaissant les densités des lignes (1200 lignes/mm sont couramment utilisées ([Wu,98])) et la distance entre les paires de franges ou encore directement à partir de l'inclinaison des franges par rapport aux coordonnées des axes.

### 1.5.2.2. Les ultrasons

Cette technique peut fournir des informations concernant les macrocontraintes dans des zones proche de la surface et dans le cœur de la pièce également. Les mesures sont basées sur des effets acoustiques pour lesquels la vitesse des ondes ( $v$ ) est reliée aux contraintes internes ( $\sigma$ ) au sein du matériau:

$$v = v_0 + K\sigma \quad (1.45)$$

où  $v_0$  est la vitesse de propagation de l'onde dans un matériau non contraint et  $K$  est la constante acousto-élastique du matériau.

### 1.5.2.3. Les méthodes magnétiques

Les méthodes magnétiques permettent de séparer l'effet des contraintes résiduelles des autres facteurs superposés comme les effets de la microstructure et de la texture en utilisant les paramètres magnétiques (courant de Foucault, etc..) ([Thu]). L'avantage de ces méthodes réside dans leur sensibilité à la contrainte, à la microstructure et à la texture. Mais la condition que le matériau soit ferromagnétique limite les applications de cette méthode.

### 1.5.2.4. Spectrométrie RAMAN

La spectroscopie Raman permet d'étudier les contraintes en surface de nombreux matériaux avec une résolution latérale inférieure au micron. Elle est fondée sur la diffusion inélastique d'une lumière incidente monochromatique, par excitation de modes de vibration particuliers dans certains cristaux (non CFC et non conducteurs) ([Vin,96]). Les contraintes y provoquent des décalages quantifiables et modélisables des pics du spectre Raman.

### 1.5.2.5. Les méthodes de diffraction

Ces techniques ne peuvent être utilisées que pour les matériaux cristallins. Quand le matériau est sous contrainte, appliquée ou résiduelle, un changement dans les distances inter-réticulaires  $d$  a lieu en raison des déformations élastiques résultantes. Cette distance inter-réticulaire est utilisée comme jauge de déformation par les techniques de diffraction des rayons X (DRX) ou aux synchrotrons, au des neutrons. Généralement, un faisceau monochromatique ayant une longueur d'onde, du même ordre de grandeur que la distance  $d$ , irradie le matériau étudié (généralement polycristallin). Les distances  $d$  des plans ayant une orientation spécifique leur permettant de contribuer à la diffraction, peuvent être calculées (cf. paragraphe 1.6). Les contraintes peuvent donc être obtenues à partir de ces déformations à condition que les constantes élastiques radiocristallographiques (CER) soient connues. Il existe une interaction électromagnétique entre les rayons X et le nuage d'électrons autour des atomes d'un matériau. Ces rayons sont fortement absorbés après leur pénétration jusqu'à quelques dizaines de microns

de la surface dans la plupart des matériaux. La DRX conventionnelle est donc limitée aux mesures en surface. D'autre part, le vol des neutrons est affecté principalement par les collisions nucléaires. Ceci augmente la pénétrabilité des neutrons pouvant aller jusqu'à quelques centimètres dans certains matériaux (Tableau 1.1). La mesure de la contrainte est donc possible dans le coeur du matériau par diffraction des neutrons.

	<b>Fe</b>	<b>Ni</b>	<b>Ti</b>	<b>Al</b>
<b>Rayons X</b>	10,9 $\mu\text{m}$	8,2 $\mu\text{m}$	82 $\mu\text{m}$	136 $\mu\text{m}$
<b>Neutrons</b>	5,8 mm	3,9 mm	13,9 mm	69,3 mm

**Tableau 1.1.** *Pénétration des rayons X et des neutrons pour 50% d'absorption pour des matériaux communément utilisés en ingénierie*

Cependant, les sources limitées, le coût élevé, la vitesse réduite et les difficultés de mesurer la déformation en surface avec les neutrons, encourage l'utilisation des rayons X. Par conséquent, les techniques de DRX et des neutrons peuvent être considérées comme complémentaires ([Pin,92], [Bra,98]). En outre, le développement des sources de rayons synchrotrons peut fournir des faisceaux ayant des énergies élevées avec un grand accroissement de la pénétration de ces faisceaux dans les matériaux. Cependant, les faibles longueurs d'onde peuvent mener à de petits angles de diffraction dans la plupart des métaux ; ainsi, la détermination du tenseur de contrainte complet est encore difficile à réaliser.

Les méthodes de DRX et des neutrons, utilisées dans le cadre de ce travail, sont détaillées dans les paragraphes qui suivent.

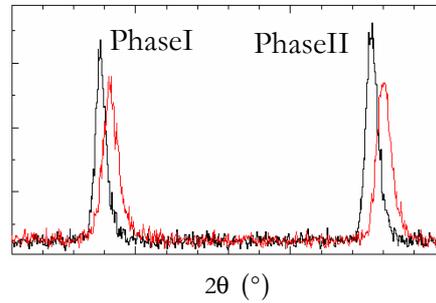
## **1.6. Détermination des contraintes par les méthodes de diffraction**

Les méthodes de diffraction représentent les outils les plus puissants pour déterminer le champ de contrainte et la structure interne des cristallites dans les matériaux polycristallins. Les champs de contrainte du premier et de second ordre (pour lesquels  $\sigma_{ij}^g \neq 0$ ) sont à l'origine d'une déformation élastique uniforme des grains et de leur réseau cristallographique. Ces déformations élastiques peuvent être aperçues par la diffraction à travers des déplacements des raies mesurés par rapport aux positions des raies correspondant au matériau non contraint. Les contraintes de second et de troisième ordre influencent également la forme du profil de la raie mesurée. Ainsi, par les méthodes de diffraction, l'étude expérimentale des contraintes dans le grain est basée sur la détermination de la position des pics de diffraction, tandis que l'étude de la structure interne des cristallites est obtenue en analysant le profil des raies.

### **1.6.1. Déformation élastique mesurée par diffraction**

L'influence des contraintes sur la position d'un pic de diffraction est aperçue en comparant son profil et sa position avant et après chargement (pour un échantillon soumis par

exemple à un chargement de traction) (Fig 1.5). Lors de la déformation élastoplastique, tous les types de contraintes qui se produisent contribuent au décalage et à l'élargissement de la raie de diffraction.



**Fig 1.5.** Illustration du décalage et de l'élargissement de raies de diffraction de deux différentes phases d'un matériau polycristallin biphasé.

Pour relier la position du pic de diffraction à la déformation élastique, la distance inter-réticulaire des plans cristallins du matériau polycristallin déformé et celle du matériau non contraint sont comparées (Fig 1.5).

Afin de déterminer la position de la raie, par exemple, le centre de gravité de la fonction de distribution du profil est déterminé par:

$$\langle 2\theta_i \rangle_{\{hkl\}} = \frac{\sum_{i=1}^M 2\theta_i \cdot N_{\{hkl\}}(2\theta_i) \cdot d(2\theta_i)}{\sum_{i=1}^M N_{\{hkl\}}(2\theta_i) \cdot d(2\theta_i)} \quad (1.46)$$

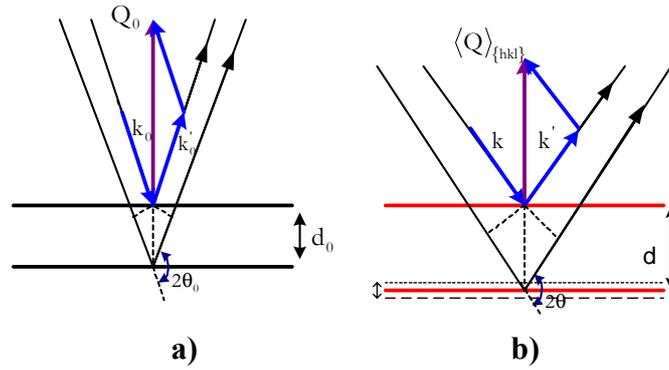
où  $N_{\{hkl\}}(2\theta_i)$  est le nombre de comptage par seconde, enregistré par un détecteur, à l'angle  $2\theta_i$  pour le pas  $i$ , après la soustraction du bruit de fond et la correction des facteurs dont dépend l'angle  $2\theta$ ,  $M$  est le nombre de pas et  $d(2\theta_i)$  est l'incrément des pas.

La valeur moyenne  $\langle d \rangle_{\{hkl\}}$  (Fig 1.6) est exprimée en fonction de la position du centre de la raie par l'équation de Bragg :

$$n\lambda = 2 \langle d \rangle_{\{hkl\}} \sin \langle \theta \rangle_{\{hkl\}} \quad (1.47)$$

La variation de  $d$ ,  $\Delta \langle d \rangle_{\{hkl\}}$ , peut être reliée au décalage de la position de la raie de diffraction par l'équation :

$$\Delta \langle d \rangle_{\{hkl\}} = -\frac{1}{2} \cot \langle \theta \rangle_{\{hkl\}} \Delta \langle 2\theta \rangle_{\{hkl\}} \quad (1.48)$$



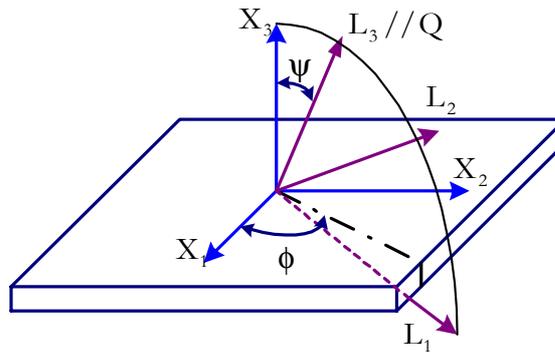
**Fig 1.6.** La diffraction sur le réseau cristallin non contraint (a) et sur le réseau déformé (b). Les différences dans les distances inter-réticulaires pour différentes cristallites diffractants sont montrées en utilisant des lignes discontinues, tandis que les lignes continues sont utilisées pour la distance moyenne entre les plans réfléchissants. Le vecteur de diffraction  $Q_0$  (et  $\langle Q \rangle_{\{hkl\}}$ ) est défini comme étant la différence entre les vecteurs d'onde des faisceaux incidents et diffractés, c.-à-d. :  $Q_0 = k_0 - k_0'$  (et  $Q = k - k'$ ), où  $k = k' = k_0 = k_0' = 2\pi/\lambda$ , et  $\lambda$  est la longueur d'onde du rayonnement utilisé.

Afin de déterminer la position du sommet du pic de diffraction, le centre de gravité défini par l'Eq. 1.46 est calculé. Cependant, des résultats plus précis peuvent être obtenus quand la position du pic est déterminée par des fonctions théoriques d'interpolation des points expérimentaux (Gauss, Cauchy-Lorentz, Person VII ([Noy,87]), Voigt et pseudo-Voigt ([Tho,87])).

Les méthodes classiques de la détermination de la contrainte sont basées sur la mesure de  $d$  pour différentes directions du vecteur de diffraction ([Noy,87]). Ces directions sont définies par les angles  $\phi$  et  $\psi$  (Fig 1.7). En utilisant la diffraction, la moyenne des distances réticulaires  $\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$ , calculée uniquement pour les cristallites qui ont contribué à la diffraction, est déterminée. Par conséquent, la moyenne de la déformation élastique  $\langle \varepsilon(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$  suivant la direction  $L_3$  (Fig 1.7) peut être définie par :

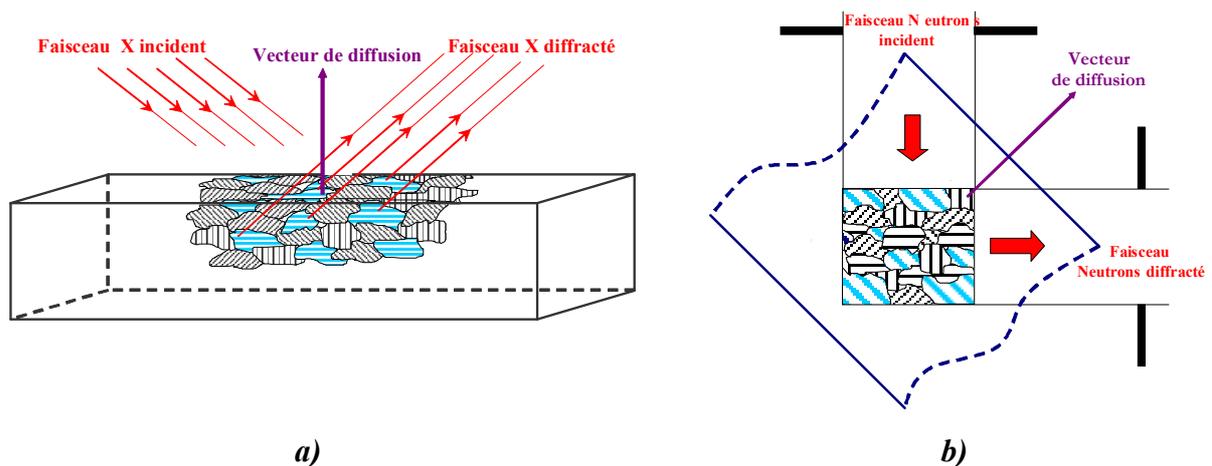
$$\langle \varepsilon(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} = \frac{\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} - d_{\{hkl\}}^0}{d_{\{hkl\}}^0} \quad (1.49)$$

où  $d_{\{hkl\}}^0$  est la distance inter-réticulaire du plan (hkl) du matériau non contraint et  $\langle \varepsilon(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$  est la déformation élastique moyennée sur tout le volume des grains diffractants.



**Fig 1.7.** Orientation du vecteur de diffraction par rapport au repère  $X$  de la pièce.  $\psi$  et  $\phi$  définissent les angles d'orientation du système  $L$  (l'axe  $L_2$  est dans le plan de l'échantillon). Le système de laboratoire,  $L$ , définit la mesure des distances inter-réticulaires  $\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$  selon l'axe  $L_3$ .

L'avantage des méthodes de diffraction lors de l'analyse expérimentale des différents types de contraintes réside dans leur caractère sélectif. Comme présenté sur la Fig 1.8, seules les cristallites ayant des orientations spécifiques du réseau cristallin vont participer à la diffraction, c'est à dire celles ayant des vecteurs de diffraction normaux aux plans de diffraction  $\{hkl\}$ .



**Fig 1.8.** Caractère sélectif de la diffraction : les grains diffractants ont leurs vecteurs de diffraction  $Q$  normaux aux plans réfléchissants  $\{hkl\}$ . Les mesures en surface par DRX (a) et en volume par diffraction des neutrons (b) sont présentées.

Le volume irradié est limité par l'absorption du rayonnement appliqué et la forme du faisceau incident et diffracté. Comme montré sur la Fig 1.8a, dans le cas de la DRX et en raison de l'absorption élevée dans le matériau, seule la couche superficielle est pénétrée par les rayons X, tandis que la faible absorption du rayonnement neutronique permet l'étude dans le cœur de l'échantillon tout en utilisant des fentes appropriées formant le faisceau incident et le faisceau réfléchi.

Différentes déformations élastiques moyennes de différents groupes de grains peuvent être mesurées quand l'orientation du vecteur de diffraction varie par rapport à l'échantillon. La dépendance des contraintes aux orientations des réseaux cristallographiques peut ainsi être étudiée. En outre, pour les matériaux multiphasés, les contraintes dans les grains appartenant à différentes phases peuvent être étudiées indépendamment.

En raison de la différence de la taille et de la géométrie du volume analysé par les radiations des neutrons et des rayons X, plusieurs sources d'erreurs expérimentales peuvent être présentes. Dans le cas de la DRX, l'alignement de l'échantillon par rapport au centre du goniomètre est très important ([Noy,87]). Un léger décalage de l'échantillon durant sa rotation introduit des erreurs significatives dans la détermination des angles  $\langle 2\theta \rangle_{\{hkl\}}$ . Cet effet diminue de manière significative pour de grands angles de diffraction  $2\theta$ . En considérant que la sensibilité de la méthode augmente avec l'angle  $2\theta$  (Eq. 1.48), les plans réticulaires correspondant à de grands angles de diffraction sont préférables pour déterminer la déformation du réseau en utilisant la méthode conventionnelle des rayons X (habituellement,  $2\theta > 90^\circ$ ). Dans le cas de la diffraction des neutrons, une forme cubique ou rectangulaire régulière de la zone mesurée est fréquemment utilisée. Ce volume ne change pas de manière significative pendant le balayage  $\theta$ - $2\theta$  pendant la mesure du profil de diffraction. La forme optimale du volume de mesure peut être obtenue uniquement pour une valeur  $2\theta \approx 90^\circ$  (Fig 1.8b). La déformation élastique moyenne selon la direction du vecteur de diffraction  $\mathbf{L}_3$  peut être exprimée, d'après Barral et al. ([Bar,87]), par:

$$\langle \varepsilon(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} = \langle \varepsilon_{33}^{g(el)} \rangle_{\{hkl\}} = \frac{\sum_{\{hkl\}} \left\{ \int_0^{2\pi} \varepsilon_{33}^{g(el)}(\mathbf{g}) f(\mathbf{g}) d\xi \right\}_{(hkl)}}{\sum_{\{hkl\}} \left\{ \int_0^{2\pi} f(\mathbf{g}) d\xi \right\}_{(hkl)}} \quad (1.50)$$

$\varepsilon_{33}^{g(el)}$  est la déformation élastique suivant la direction  $\mathbf{L}_3$  de la cristallite ayant le vecteur de diffraction  $\mathbf{Q}$  perpendiculaire au plan (hkl).  $\mathbf{g}$  et  $f(\mathbf{g})$  qui représente la fonction de densités des orientations cristallines (Fdoc) sont définis dans l'annexe1. L'intégrale est calculée sur l'ensemble des cristallites ayant subi une rotation d'un angle  $\xi(\mathbf{g})$  autour du vecteur  $\mathbf{Q}$ . Puis, la sommation est calculée sur l'ensemble des plans équivalents  $\{hkl\}$ . Dans la suite, tous les termes exprimés dans le repère  $\mathbf{L}$  (cf. Fig 1.7) seront notés par ( )' afin de les distinguer de ceux exprimés dans le repère  $\mathbf{X}$  lié à l'échantillon (Fig. 1.7).

### 1.6.2. Calcul des Constantes Elastiques Radiocristallographiques (CER) dans la détermination des contraintes

L'analyse des contraintes par les méthodes de diffraction est basée sur la mesure des déformations élastiques dans le réseau cristallin selon diverses orientations du vecteur de diffraction. Afin d'étudier l'état des contraintes dans les matériaux polycristallins, les contraintes sont reliées aux déformations élastiques mesurées par les CER (Eq 1.47). Les modèles les plus simples (les modèles de Voigt (1928) et de Reuss (1929)), généralement utilisés dans le calcul

des CER, reposent sur les hypothèses de l'homogénéité de la déformation ou de la contrainte dans le volume considéré. Ces modèles ont été appliqués pour les matériaux polycristallins quasi-isotropes ou texturés ([Do1,79,80], [Bar,87], [Bra,87], [Bac,93], [Sch,94]).

Des modèles plus réalistes ont été établis. Ils prennent en compte l'interaction entre les grains lors des calculs. Kröner a modélisé le grain en tant qu'une inclusion ellipsoïdale à l'intérieur d'un milieu homogène isotrope ([Esh,57], [Krö,61]). Ce dernier modèle a été utilisé pour calculer les CER d'un matériau polycristallin quasi-isotrope en modélisant le grain par une inclusion sphérique ([Bo1,67]). Quelques tentatives ont été effectuées afin d'utiliser la méthode de Kröner dans le cas des matériaux texturés ([Spr,89]), mais l'influence de la forme de l'inclusion et de l'anisotropie sur le calcul des CER n'a pas été analysé. C'est dans les travaux de Baczmanski et al. ([Bac,03]) que les CER ont été calculées et testées en utilisant le modèle auto-cohérent décrit dans le paragraphe 1.3.

Dans ces travaux, les hypothèses du comportement élastique des cristallites dans le matériau polycristallin ont été vérifiées en comparant les résultats théoriques avec les CER mesurées. Dans ce cas, le modèle est utilisé pour interpréter des déformations purement élastiques, dans lequel la relation linéaire entre les déformations et les contraintes est caractérisée par les tenseurs d'élasticité et de souplesse. L'avantage de cette dernière méthodologie est la possibilité de calculer les CER pour un matériau texturé en tenant compte de différentes formes de l'inclusion. Cette méthode a été particulièrement utile pour interpréter des résultats de mesures par DRX, puisque la forme ellipsoïdale de l'inclusion est considérée dans les calculs. Des comparaisons avec des résultats expérimentaux ont confirmé que ce dernier modèle donne la meilleure approche de l'état de contraintes du matériau de l'échantillon ([Bac,97,03]). Dans la suite, différentes approches de calcul des CER seront présentées et détaillées.

Considérons un volume de grains polycristallins appartenant à une phase d'un polycristal et pour lequel les distances inter-réticulaires sont mesurées par diffraction. Si l'on néglige les contraintes d'incompatibilité de second ordre, on a ([Do1,78,79]):

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} &= R_{ij}(\{hkl\}, \phi, \psi) \sigma_{ij}^I \\ \text{ou } \langle \varepsilon(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} &= F_{ij}(\{hkl\}, \phi, \psi) \sigma_{ij}^I \end{aligned} \quad (1.51)$$

où:  $\sigma_{mn}^I = \gamma_{mi} \gamma_{nj} \sigma_{ij}^I$ ,  $\sigma_{ij}^I$  et  $\sigma_{ij}^I$  sont les contraintes de premier ordre dans la phase, exprimées respectivement dans les repères **L** et **X** (voir Fig 1.7) et  $F_{ij}(\{hkl\}, \phi, \psi) = \gamma_{mi} \gamma_{nj} R_{mn}(\{hkl\}, \phi, \psi)$ .

La matrice de transformation  $\gamma_{ij}$  est exprimée en fonction des angles  $\phi$  et  $\psi$ :

$$\gamma_{ij} = \begin{bmatrix} \cos \phi \cos \psi & \sin \phi \cos \psi & -\sin \psi \\ -\sin \phi & \cos \phi & 0 \\ \cos \phi \sin \psi & \sin \phi \sin \psi & \cos \psi \end{bmatrix}. \quad (1.52)$$

Notons que la contrainte de premier ordre ( $\sigma^I$ ) signifie la macrocontrainte ( $\sigma^M$ ) dans le cas d'un matériau monphasé. Cependant, elle représente la contraintes dans la phase ph ( $\sigma^{ph}$ ) quand un matériau multiphasé est étudié. Ainsi, l'équation 1.51 permettra de déterminer les contraintes dans chacune des phases, d'un acier duplex austéno-ferritique par exemple, en se basant sur les déformations élastiques déterminées pour l'austénite et la ferrite séparément. Dans cet objectif, les CER doivent être connues.

Les coefficients  $F_{ij}$  ne sont pas des composantes d'un tenseur puisqu'ils relient les contraintes  $\sigma_{ij}^I$  exprimées dans le système  $\mathbf{X}$  à la déformation élastique  $\langle \epsilon_{33}^{g(el)} \rangle$  définie selon l'axe  $L_3$ . Si l'échantillon est texturé, les constantes  $R_{ij}$  dépendent des orientations du repère  $\mathbf{L}$  par rapport au repère  $\mathbf{X}$ . Cependant, les valeurs de  $R_{ij}$  ne varient pas avec les angles  $\phi$  et  $\psi$  dans le cas des polycristaux ayant des grains dont les orientations sont aléatoires (quasi-isotropes).

### 1.6.3. Modèles de calcul des CER :

Différentes approches ont été proposées pour calculer les CER pour les matériaux quasi-isotropes et texturés (par exemple ([Bac,93], ([Mat,95])). Dans ce qui suit, les approches classiques de Reuss et Voigt et les approches basées sur le modèle élastique auto-cohérent de Kröner sont décrites pour les matériaux anisotropes.

#### 1.6.3.1 Modèle de Reuss

Dans cette approche on suppose que la contrainte locale est la même pour les grains appartenant à la phase étudiée et qu'elle est égale à la contrainte de premier ordre ( $\sigma_{ij}^{lg} = \sigma_{ij}^{Il}$ ) ([Reu,29]). La déformation locale dans la direction  $L_3$  (Fig 1.7) est égale à :

$$\epsilon_{ij}^{lg} = s_{33ij}^{lg} \sigma_{ij}^{lg} = s_{33ij}^{lg} \sigma_{ij}^{Il} \quad \text{et} \quad \langle \epsilon_{33}^{lg} \rangle_{\{hkl\}} = \langle s_{33ij}^{lg} \rangle_{\{hkl\}} \sigma_{ij}^{Il} \quad (1.53)$$

où:  $s_{33ij}^{lg}$  est le tenseur de souplesse ( toutes les équations sont exprimées dans le repère  $\mathbf{L}$ ).

Par conséquent, en utilisant le modèle de Reuss, les CER peuvent être calculées comme étant la valeur moyenne des constantes de souplesse du cristal :

$$R_{ij}^{(R)} = \langle s_{33kl}^{lg} \rangle_{\{hkl\}} = \frac{\sum_{\{hkl\}} \left\{ \int_0^{2\pi} s_{33ij}^{lg}(\mathbf{g}) f(\mathbf{g}) d\xi \right\}_{(hkl)}}{\sum_{\{hkl\}} \left\{ \int_0^{2\pi} f(\mathbf{g}) d\xi \right\}_{(hkl)}} \quad (1.54)$$

L'intégration est effectuée sur toutes les orientations des grains  $\mathbf{g}$  qui ont contribué à la diffraction. Les orientations sont obtenues quand le réseau cristallin a effectué une rotation autour du vecteur de diffraction d'un angle  $\xi$  ([Bar,87], [Bra,87]).

### 1.6.3.2 Modèle de Voigt

Cette approche est basée sur l'hypothèse que la déformation locale est la même dans tous les grains appartenant à la phase étudiée et qu'elle est égale à la déformation de premier ordre ( $\epsilon_{ij}^g = \epsilon_{ij}^I$ ) ([Voi,28]).  $\epsilon^I$  est la macrodéformation pour un matériau monphasé et représente la déformation dans la phase ( $\epsilon^{ph}$ ) d'un matériau multiphasé. La contrainte locale est déterminée par l'équation  $\sigma_{ij}^g = c_{ijkl}^g \epsilon_{kl}^g$ , où  $c^g$  est le tenseur de rigidité du cristal défini dans le repère  $\mathbf{L}$ . La moyenne, notée ci-dessous par [...], est calculée dans tout le volume considéré:

$$\sigma_{ij}^I = [c_{ijkl}^g \epsilon_{kl}^g] = [c_{ijkl}^g] \epsilon_{kl}^I \quad \text{et} \quad \langle \epsilon_{33}^g \rangle_{\{hkl\}} = \epsilon_{33}^I = [c_{33ij}^g]^{-1} \sigma_{ij}^I \quad (1.55)$$

Finalement, les constantes  $R_{ij}^V$  sont égales à:

$$R_{ij}^{(V)} = [c_{33ij}^g]^{-1} \quad (1.56)$$

La Fdoc  $f(\mathbf{g})$  est de nouveau utilisée dans le calcul des constantes  $R_{ij}^V$ , cependant dans ce modèle tous les grains du volume étudié contribuent à la moyenne:

$$[c_{ijkl}^g] = \frac{1}{8\pi^2} \int_E c_{ijkl}^g(\mathbf{g}) f(\mathbf{g}) d\mathbf{g} \quad (1.57)$$

Dans le cas de l'approche de Voigt, un algorithme équivalent pour le calcul des CER peut être utilisé quand les rigidités du cristal sont définies dans le repère  $\mathbf{X}$ . Ainsi, le tenseur global de rigidité peut être calculé :

$$C_{ijkl} = \frac{1}{8\pi^2} \int_E c_{ijkl}^g(\mathbf{g}) f(\mathbf{g}) d\mathbf{g} \quad (1.58)$$

et la déformation mesurée est exprimée par:

$$\langle \epsilon_{33}^g \rangle_{\{hkl\}} = \epsilon_{33}^I = \gamma_{3i} \gamma_{3j} C_{ijkl}^{-1} \sigma_{kl}^I \quad (1.59)$$

Par conséquent les constantes  $F_{ij}$  sont calculées directement à partir des composants du tenseur  $C_{ijkl}^{-1}$  ([Bra,87]), c.-à-d. :

$$F_{kl}(\phi, \psi) = \gamma_{3i}(\phi, \psi) \gamma_{3j}(\phi, \psi) C_{ijkl}^{-1} \quad (1.60)$$

où: les constantes  $F_{kl}(\phi, \psi)$  dépendent de l'orientation du vecteur de diffraction qui subit une rotation de  $\gamma_{ij}(\phi, \psi)$ .

Par exemple, la constante  $F_{11}(\phi, \psi)$  est donnée par:

$$F_{11}(\phi, \psi) = C_{3311}^{-1} + (C_{2211}^{-1} - C_{3311}^{-1}) \sin^2 \psi + (C_{1111}^{-1} - C_{2211}^{-1}) \cos^2 \phi \sin^2 \psi . \quad (1.61)$$

L'avantage du dernier algorithme est que les tenseurs des constantes de souplesse  $C_{ijkl}^{-1}$  sont calculés une seule fois, vu qu'ils sont indépendants des angles  $\phi$  et  $\psi$ .

### 1.6.3.3 Modèle auto-cohérent

Supposons que les déformations du grain  $\epsilon_{nm}^g$  peuvent être reliées aux contraintes de premier ordre  $\sigma_{kl}^I$  par un tenseur inconnu  $X$ :

$$\epsilon_{nm}^g = X_{33kl}^{g(A-C)} \sigma_{kl}^I \quad (1.62)$$

$X$  est un tenseur dépendant des constantes élastiques, de l'interaction entre les grains et de la texture cristallographique;  $\sigma_{kl}^I$  est la contrainte de premier ordre d'un matériau monophasé ( $\sigma_{kl}^M$ ) ou la contrainte dans la phase ( $\sigma_{kl}^{ph}$ ) dans le cas d'un matériau multiphasé.

En utilisant le tenseur  $X$ , les CER  $R_{ij}^{(A-C)}$  sont définies par [Bac,97b,03a):

$$R_{ij}^{(A-C)} = \langle X_{33ij}^{g(A-C)} \rangle_{\{hkl\}} = \frac{\sum_{\{hkl\}} \left\{ \int_0^{2\pi} X_{33ij}^{g(A-C)}(\mathbf{g}) f(\mathbf{g}) d\xi \right\}_{(hkl)}}{\sum_{\{hkl\}} \left\{ \int_0^{2\pi} f(\mathbf{g}) d\xi \right\}_{(hkl)}} \quad (1.63)$$

L'intégrale est calculée sur toutes les orientations  $\mathbf{g}$  représentant les grains qui ont contribué à la diffraction.

Pour le calcul du tenseur  $X_{33kl}^{g(A-C)}$ , le tenseur des constantes de souplesse macroscopique (ou le tenseur de souplesse de la phase dans les matériaux multiphasés)  $S_{ijkl}^I$  doit être connu. L'algorithme auto-cohérent est appliqué dans la gamme de la déformation élastique.

Dans le modèle auto-cohérent ([Esc,57], [Krö,61], [Lip,89]), le cristal est considéré comme étant une inclusion ellipsoïdale à l'intérieur du milieu fictif continu homogène. Selon ce formalisme, la déformation locale  $\epsilon_{nm}^g$  (pour le grain  $g$ ) est liée à la déformation macroscopique  $\epsilon_{kl}^M$  par le tenseur de localisation des déformations  $A^{g(A-C)}$ , c.-à-d.:

$$\boldsymbol{\varepsilon}_{mn}^{\text{g}} = A_{mnkl}^{\text{g}(A-C)} \boldsymbol{\varepsilon}_{kl}^{\text{M}} \quad (1.64)$$

Le tenseur  $A^{\text{g}(A-C)}$  est calculé pour une interaction purement élastique et peut être calculé en utilisant le schéma auto-cohérent décrit dans le paragraphe 1.3 :

$$A^{\text{g}}(\mathbf{g}) = \left\{ \mathbf{I} - \mathbf{T}^{\text{gg}} \Delta c^{\text{g}}(\mathbf{g}) \right\}^{-1} \quad (1.65)$$

où:  $\Delta c^{\text{g}}(\mathbf{g}) = c^{\text{g}}(\mathbf{g}) - \mathbf{C}^{\text{M}}$ ,  $\mathbf{C}^{\text{M}}$  est le tenseur de macro-rigidité de l'échantillon et  $\mathbf{T}^{\text{gg}}$  est le tenseur d'interaction. Il est important de signaler que  $\mathbf{T}^{\text{gg}}$  dépend de la forme et de l'orientation de l'axe principal de l'inclusion ellipsoïdale et du tenseur  $\mathbf{C}^{\text{M}}$  calculé pour tout le volume étudié dans l'échantillon contenant toutes les phases du matériau. Dans le cas des matériaux biphasés ayant les fractions volumiques  $\frac{V_{\text{ph1}}}{V}$  et  $\frac{V_{\text{ph2}}}{V}$  on a:

$$\mathbf{C}_{ijkl}^{\text{M}} = \frac{1}{8\pi^2} \left[ \frac{V_{\text{ph1}}}{V} \int_{E_{\text{ph1}}} c_{ijmn}^{\text{g},\text{ph1}}(\mathbf{g}) A_{mnkl}^{\text{g}}(\mathbf{g}) f^{\text{ph1}}(\mathbf{g}) d(\mathbf{g}) + \frac{V_{\text{ph2}}}{V} \int_{E_{\text{ph2}}} c_{ijmn}^{\text{g},\text{ph2}}(\mathbf{g}) A_{mnkl}^{\text{g}}(\mathbf{g}) f^{\text{ph2}}(\mathbf{g}) d(\mathbf{g}) \right] \quad (1.66)$$

L'intégration est effectuée pour toutes les orientations  $\mathbf{g}$  dans l'espace d'Euler  $\mathbf{E}_{\text{ph}}$  (cf. Annexe 1) dans chaque phase.

Afin de déterminer le tenseur  $\mathbf{X}$ , les macro-déformations  $\boldsymbol{\varepsilon}_{kl}^{\text{M}}$  de l'équation. 1.64 doivent être reliées aux contraintes de premier ordre  $\boldsymbol{\sigma}_{kl}^{\text{I}}$ . On peut facilement trouver ([Franc,91]):

$$\boldsymbol{\sigma}_{kl}^{\text{I}} = \mathbf{C}'_{klmn} \boldsymbol{\varepsilon}_{kl}^{\text{M}} \quad (1.67)$$

Où le tenseur  $\mathbf{C}$  est calculé comme suit pour un matériau texturé :

$$\mathbf{C}'_{ijkl} = \frac{1}{8\pi^2} \int_{E_{\text{ph}}} c_{ijmn}^{\text{g}}(\mathbf{g}) A_{mnkl}^{\text{g}}(\mathbf{g}) f(\mathbf{g}) d(\mathbf{g}) \quad (1.68)$$

L'intégration dans l'équation 1.68 est effectuée sur toutes les orientations  $\mathbf{g}$  dans l'espace d'Euler  $\mathbf{E}_{\text{ph}}$  (cf. Annexe 1) pour les grains appartenant à la phase étudiée ( $V_{\text{ph}}$ ) dans le matériau multiphasé ou dans tous les grains de l'échantillon monophasé ( $V$ )

Finalement, En utilisant les équations. 1.64 et 1.67, l'expression permettant de déterminer  $X$  peut être obtenue :

$$X_{33kl}^{g(A-C)} = A_{ijmn}^g S'_{mnl} \quad \text{où } S=C^{-I} \quad (1.69)$$

#### 1.6.3.4 Approche quasi-isotrope

Le matériau polycristallin quasi-isotrope est défini comme étant un matériau ayant des propriétés macroscopiques isotropes, malgré l'anisotropie des grains. En considérant les propriétés élastiques des cristallites, cette condition est remplie seulement dans le cas des orientations aléatoires du réseau ou pour les grains ayant des CER isotropes. Si l'interaction des grains est prise en considération, le matériau quasi-isotrope peut être construit de grains sphériques ou d'inclusions ellipsoïdales aléatoirement orientées et complètement incluses dans le matériau. Pour un matériau quasi-isotrope, les relations suivantes peuvent être écrites indépendamment du modèle utilisé:

$$R_{12} = R_{13} = R_{23} = 0 \quad \text{et} \quad R_{11} = R_{22} \quad (1.70)$$

Par conséquent, seulement deux constantes indépendantes existent:  $R_{11} = R_{22}$  et  $R_{33}$ . Ces CER sont définies dans le repère  $L$  et elles ne dépendent pas de son orientation caractérisée par les angles  $\phi$  et  $\psi$  (Fig 1.6.).

Pour les matériaux quasi-isotropes, les CER  $s_1$  et  $s_2$  sont généralement employées à la place des constantes  $R_{ij}$ . Dans ce cas, les relations suivantes sont accomplies :

$$s_1 = R_{11} = R_{22} \quad \text{et} \quad \frac{1}{2}s_2 = (R_{33} - R_{11}) . \quad (1.71)$$

Par conséquent, l'équation (Eq.1.61) peut être simplifiée:

$$F_{11} = s_1 + \frac{1}{2}s_2 \cos^2 \phi \sin^2 \psi , \quad (1.72)$$

et la relation générale dans l'équation 1.51 peut être écrite sous une forme plus explicite ([Noy,87]):

$$\begin{aligned} \langle \varepsilon(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} = & s_1(\sigma_{11}^I + \sigma_{22}^I + \sigma_{33}^I) + \frac{1}{2}s_2(\sigma_{11}^I \cos^2 \phi + \sigma_{22}^I \sin^2 \phi + \sigma_{12}^I \sin 2\phi) \sin^2 \psi \\ & + \frac{1}{2}s_2 \sigma_{33}^I \cos^2 \psi + \frac{1}{2}s_2(\sigma_{13}^I \cos \phi + \sigma_{23}^I \sin \phi) \sin 2\psi \end{aligned} \quad (1.73)$$

où : les contraintes  $\sigma_{ij}^I$  sont définies dans le repère  $\mathbf{X}$ .

Finalement, les constantes  $s_1$  et  $s_2$  peuvent être exprimées en fonction du module de Young  $E'$  et le coefficient de poisson  $\nu'$  définis pour le groupe de grains diffractants en interaction avec la matrice environnante ( $E'$  et  $\nu'$  sont définis dans le repère  $\mathbf{L}$ , c.-à-d., la valeur du module de Young donnée le long de l'axe  $L_3$ ). Dans ce cas, les constantes  $s_1$  et  $s_2$  sont égales à:

$$s_1 = \left( \frac{\nu'}{E'} \right) \quad \text{et} \quad s_2 = 2 \left( \frac{1+\nu'}{E'} \right) \quad (1.74)$$

$$\text{où: } E' = \frac{1}{R_{33}} \quad \text{et} \quad \nu' = -\frac{R_{11}}{R_{33}} = -\frac{R_{22}}{R_{33}}.$$

Nous pouvons conclure que pour un polycristal quasi-isotrope, seules deux CER indépendantes sont définies ( $s_1$  et  $s_2$  ou  $R_{11} = R_{22}$  et  $R_{33}$ ) et exprimées dans le repère  $\mathbf{L}$ . Ces CER dépendent des constantes élastiques du cristal, l'interaction grain-matrice et le plan réticulaire hkl. Cependant, elles ne dépendent pas des angles  $\phi$  et  $\psi$ . Une dépendance linéaire de  $F_{11}$  en fonction de  $\sin^2\psi$  peut être déduite selon l'Eq.1.61.

Dans un cas plus général d'une anisotropie de l'échantillon (matériaux texturés, forme non sphérique des inclusions ou une dépendance directionnelle des interactions entre les grains) les CER  $R_{ij}$  varient avec les angles  $\phi$  et  $\psi$ . On aura donc six CER  $R_{ij}$  indépendantes (voir Eq.1.51). Les valeurs de  $F_{ij}$  doivent être connues pour chaque orientation de vecteurs de diffusion pour lesquels les distances inter-réticulaires sont mesurées. L'anisotropie de l'échantillon peut être observée par la non-linéarité des courbes de  $F_{11}$  en fonction de  $\sin^2\psi$ .

Les équations présentées ci-dessus entre la contrainte et la déformation mesurée sont fondées sur l'hypothèse que le volume irradié est représentatif de tout le polycristal étudié et que la diffraction fournit des informations complètes concernant le champ de contrainte dans les grains diffractants. Cependant, dans une zone locale du matériau (défauts, joint de grains, fissures, précipités...) qui ne participe pas dans la diffraction, la contrainte peut être également déterminée en utilisant des modèles théoriques. Si cet effet est important, le matériau étudié peut être considéré comme un matériau biphasé contenant une phase cristalline et une phase non cohérente dans la diffraction. Évidemment, en utilisant les méthodes de diffraction, les contraintes de phase sont déterminées seulement pour la phase cristalline.

#### 1.6.4. Méthode de la « multi-réflexion » dans la détermination des contraintes

Afin d'analyser les résultats obtenus par la diffraction, une méthode de mesure des contraintes, appelée « multi-réflexion », peut être appliquée sur les échantillons texturés. La méthode standard de l'analyse des contraintes par la DRX est basée sur la mesure des positions des pics pour une seule réflexion donnée d'un plan hkl et pour différentes directions du vecteur de diffraction. Les distances inter-réticulaires sont calculées en utilisant la loi de Bragg et les contraintes de 1<sup>er</sup> ordre sont déterminées en appliquant une régression linéaire ou elliptique ([Noy,87], [Hau,97]). Cependant, les résultats de l'analyse des contraintes sont statistiquement plus fiables quand plusieurs plans réticulaires (hkl) sont simultanément employés dans la procédure de lissage. Des méthodes de « multi-réflexion », utilisant différents plans réticulaires hkl et la méthode des  $\sin^2 \psi$  pour les matériaux polycristallins quasi-isotropes (avec une distribution aléatoire des orientations des grains) ont été abordées dans [Kam,00]. D'autres méthodes de « multi-réflexion » plus récentes ont été généralisées et discutées particulièrement dans le cas des matériaux anisotropes ([Bac,03]).

En cas d'absence de contraintes du second ordre dans un matériau quasi-isotrope, la distance inter-réticulaire  $\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$  mesurée dans la direction  $L_3$  (Fig 1.7) est donnée par la relation définie dans [Noy,87] qui, après une simple transformation, peut être écrite par :

$$\begin{aligned} \langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} = d_{\{hkl\}}^0 & \left\{ \frac{1}{2} s_2 \left[ (\sigma_{11}^I - \sigma_{33}^I) \cos^2 \varphi + (\sigma_{22}^I - \sigma_{33}^I) \sin^2 \varphi + \sigma_{12}^I \sin 2\varphi \right] \sin^2 \psi \right. \\ & \left. + s_1 \left[ \sigma_{11}^I + \sigma_{22}^I + \sigma_{33}^I \right] + \frac{1}{2} s_2 \sigma_{33}^I + \frac{1}{2} s_2 \left[ (\sigma_{13}^I \cos \phi + \sigma_{23}^I \sin \phi) \sin 2\psi \right] \right\} + d_{\{hkl\}}^0 \end{aligned} \quad (1.75)$$

Les contraintes de premier ordre  $\sigma_{ij}^I$  sont définies dans le repère  $X$  (Fig 1.7).

Les CER des échantillons texturés dépendent de la Fdoc et varient avec les angles  $\phi$  et  $\psi$ . Par conséquent, les courbes de  $\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$  en fonction de  $\sin^2 \psi$  ne sont plus linéaires ou elliptiques. Les distances inter-réticulaires mesurées doivent donc être exprimées en fonction des contraintes de premier ordre  $\sigma_{ij}^I$  en utilisant une équation plus générale :

$$\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} = [F_{ij}(\{hkl\}, \phi, \psi) \sigma_{ij}^I] d_{\{hkl\}}^0 + d_{\{hkl\}}^0 \quad (1.76)$$

où:  $F_{ij}(\{hkl\}, \phi, \psi)$  sont les CER définies pour le matériau anisotrope.

Les paramètres de maille du réseau  $\langle a(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$  sont calculés à partir des distances inter-réticulaires  $\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$ , mesurées pour différentes famille de plans réticulaires  $\{hkl\}$  et dans différentes orientations du vecteur de diffraction caractérisées par les angles  $\phi$  et  $\psi$ . En

particulier, pour la structure cubique, la contrainte résiduelle  $\sigma_{ij}^I$  est déterminée à partir de l'expression obtenue en multipliant les deux membres de l' Eq. 1.76 par  $\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  :

$$\langle a(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} = [ F_{ij}(\{hkl\}, \phi, \psi) \sigma_{ij}^I ] a^0 + a^0 \quad (1.77)$$

où:  $\langle a(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} = \langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}} \sqrt{h^2 + k^2 + l^2}$  peut être aisément calculée à partir des distances inter-réticulaires mesurées et  $a^0$  est le paramètre de maille de l'échantillon exempt de toute contrainte. En utilisant l'expression de l'Eq 1.77, la valeur de  $a^0$  est employée comme variable équivalente au lieu de plusieurs valeurs de  $d_{\{hkl\}}^0$  et les paramètres  $\langle a(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$ , déterminés pour diverses familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$ , et pour les différentes valeurs de  $\phi$  et  $\psi$ , seront optimisés par rapport aux points expérimentaux. L'avantage de cette méthode est que les données expérimentales obtenues pour diverses familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$  sont traitées simultanément. Cette méthode peut être appliquée aussi bien dans la méthode de géométrie standard des  $\sin^2 \psi$  qu'en incidence rasante ([Skr,01a,b]).

Dans ce travail, la procédure d'interprétation des résultats expérimentaux basée sur l'algorithme auto-cohérent proposée dans [Bac,93,94,97] et la procédure d'interpolation par la méthode des moindres carrés proposées et testées dans [Bac,03] seront employées.

### 1.6.5. Non linéarité des courbes des $\sin^2 \psi$

L'effet des contraintes inter-granulaires est observé à travers la non linéarité (et l'absence d'ellipse) des évolutions des  $\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$  (ou des  $\langle a(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$ ) en fonction de  $\sin^2 \psi$  lors des mesures sur un matériau polycristallin soumis à différents types de déformations élastoplastiques ([Gre,49], [Mar,77], [Hau,86], [Pin,87]). La première raison de la non linéarité est l'anisotropie élastique des cristaux dans un échantillon texturé. Différentes méthodes de calculs basées sur la texture cristallographique et les CER ont permis de résoudre ce problème en permettant la prédiction de l'aspect non linéaire des courbes des  $\sin^2 \psi$ . Mais l'interprétation de la non linéarité à partir seulement de l'anisotropie élastique a été insuffisante. D'autres tentatives ont été effectuées pour expliquer la non linéarité des courbes des  $\sin^2 \psi$  par l'incompatibilité plastique des grains polycristallins. Plusieurs modèles, comme le modèle de Taylor et les modèles auto-cohérents ont permis d'analyser le caractère non linéaire des courbes de  $\sin^2 \psi$  ([VanA,94], [Kri,93]). Mais dans ces calculs, le niveau réel des contraintes inter-granulaires n'a pas pu être trouvé car l'interaction entre les grains n'a pas été prise en considération, surtout pour les matériaux texturés. D'autres méthodologies ont été proposées dans [Wie,82] et développées dans

[Hau,86] et [Pin,87] pour étudier les contraintes anisotropes en utilisant la méthode de « *multi-réflexion* » (cf. paragraphe 1.6.4). Dans ces démarches, les contraintes de second ordre sont déterminées uniquement pour les composantes principales de la texture pour des matériaux fortement texturés.

Une autre méthodologie a été proposée dans [Bac,94,97], pour déterminer ces contraintes. Elle est basée sur l'analyse du comportement physique des grains dans le matériau polycristallin. Cette méthode permet d'évaluer quantitativement les contraintes de 1<sup>er</sup> ordre et les contraintes d'incompatibilité plastique (second ordre) en utilisant les techniques de diffraction et le modèle auto-cohérent (cf. paragraphe 1.3.3). Des analyses de la non linéarité des évolutions de  $\langle d(\phi, \psi) \rangle_{\{hkl\}}$  en fonction de  $\sin^2\psi$ , en utilisant un seul plan de diffraction, ont permis d'estimer les contraintes de second ordre pour un acier ferritique laminé à froid ([Bac,94,95,97]) et pour un acier duplex ([Ina,99]). Récemment, la méthode de « *multi-réflexion* » a été utilisée pour confirmer l'effet des contraintes de second ordre sur la non linéarité des courbes des  $\sin^2\psi$  pour différentes familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$  ([Bac,03]). L'analyse des résultats expérimentaux a été basée sur le modèle auto-cohérent dans lequel les interactions des inclusions ellipsoïdales dans une matrice homogène ont été considérées.

## 1.7. Elargissement des raies de diffraction

Afin de quantifier l'élargissement de la raie de diffraction, deux grandeurs sont généralement utilisées : la largeur à mi-hauteur notée souvent FWHM (Full Width Half Maximum) et la largeur intégrale. La FWHM est déterminée par la largeur en degré du segment qui intercepte le profil à la moitié de la hauteur nette après soustraction du bruit de fond. La largeur intégrale a été introduite par Lau ([Lau,26]) et représente la surface en dessous de la courbe, décrite par la raie, pondérée par la hauteur nette. Elle est définie par la relation suivante :

$$\text{Largeur Intégrale} = \frac{\sum_{i=1}^n I(2\theta_i) \cdot \Delta 2\theta}{I(2\theta_{\text{Max}})} \quad (1.78)$$

où  $I(2\theta_i)$  est l'intensité au point de mesure,  $n$  le nombre de points analysés et  $\Delta 2\theta$  le pas d'acquisition.

L'élargissement des raies de diffraction est lié au matériau mais aussi à la géométrie et à la source du rayonnement utilisé. Dans les matériaux polycristallins déformés, l'élargissement des raies de diffraction, uniquement dû à des interactions des rayons X avec le volume du matériau considéré, est relié à des paramètres microstructuraux de différentes natures tels que la taille des cristaux, les désorientations des cristaux, la déformation du réseau cristallin (microcontraintes), les densités ou la distribution de dislocations et la présence de précipités. La

séparation et la quantification des paramètres responsables de l'élargissement sont très délicates. Les différents modèles proposés aujourd'hui sont souvent basés sur des hypothèses physiques fortes. La littérature montre que les résultats sont souvent controversés selon le modèle et les procédures de dépouillement choisis ([War,50], [Wil,53], [Kli,94], [Ung,84,01]). Vu la complexité et la multitude des paramètres intervenant dans les contributions de l'élargissement de raies, nous limitons, dans notre étude, l'interprétation de la largeur de la raie à la quantification de l'écroutissage.

## **1.8. Conclusion**

Dans ce chapitre, les définitions et les origines physiques des différents types de contraintes ont été brièvement expliquées. L'apport des techniques de diffraction dans l'analyse des contraintes ainsi que les méthodes les plus récentes et les nouvelles approches théoriques et démarches d'interprétation des résultats de diffraction ont été présentés et discutés.

Le but de notre travail est de mettre en oeuvre ces différentes approches et méthodologies dans l'analyse des déformations et contraintes dans les matériaux polycristallins multiphasés et plus particulièrement les aciers austéno-ferritiques texturés. L'objectif de ces investigations est d'analyser et de comprendre la contribution des différentes grandeurs physiques (contraintes résiduelles initiales, différences des cissions critiques des phases, compositions chimiques, durcissement, texture cristallographique, écroutissage initial...) dans la répartition des contraintes dans chacune des phases d'un matériau multiphasé.



# Chapitre 2

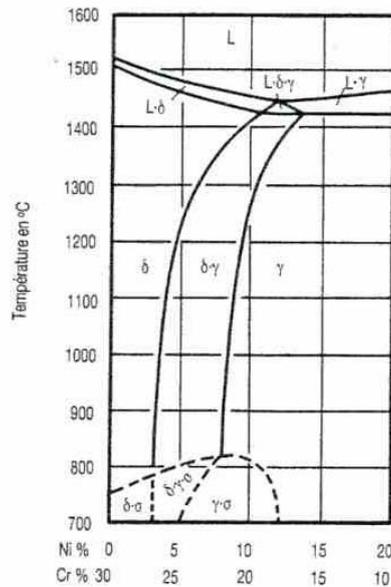
## Etudes bibliographiques

### 2.1. Introduction

Dans un matériau polycristallin multiphasé, les comportements de chacune des phases au cours d'un chargement mécanique ou/et thermique sont différents. Cette différence est strictement reliée à l'historique qu'a subi l'alliage depuis son élaboration jusqu'à sa mise en service. Les propriétés physico-chimiques, la microstructure complexe, la texture cristallographique, les contraintes résiduelles et l'état d'écrouissage de chaque phase représentent des éléments complexes qui s'ajoutent à la coexistence des phases au sein du matériau et rendent l'analyse de leurs comportements compliquée. Au cours des dernières décennies, le développement de nouvelles méthodes expérimentales et de modèles théoriques de la déformation dans les matériaux hétérogènes a encouragé plusieurs auteurs à s'investir dans la compréhension des origines de l'anisotropie des déformations des constituants des matériaux multiphasés. Dans ce chapitre, les aciers austéno-ferritiques, qui seront les matériaux étudiés dans le cadre de cette thèse, seront présentés et une étude bibliographique sera effectuée. Il ne s'agit pas d'une étude axhaussive sur les aciers duplex austéno-ferritiques. Seules les publications les plus récentes de travaux portant sur l'étude de la répartition de la déformation dans les phases des matériaux multiphasés étudiées par les techniques de diffraction et les approches théoriques associées seront analysées.

### 2.2. Les aciers inoxydables austéno-ferritiques

On appelle « aciers inoxydables » les aciers dont l'élément d'alliage de base est le chrome à des teneurs supérieures à 10%. Ces alliages contiennent peu de carbone pour éviter la précipitation de carbures de chrome, mais beaucoup d'éléments agissant sur la résistance à la corrosion (Ni, Mo, Cu, Ti, Nb...). D'autre part, l'addition d'éléments alphas (Cr, Mo, Si, Nb, Ti, Al, W, V, Ta) ou gammagènes (Ni, C, N, Mn, Co, Cu) modifie leur état structural (Fig 2.1). Les aciers austéno-ferritiques dits « duplex » ont une composition en chrome, nickel, molybdène et silicium équilibrée afin de conserver une structure mixte constituée d'austénite (cubique à faces centrées, paramètre de maille de 3,58 à 3,62 Å) et de ferrite (cubique centrée, paramètre de maille de 2,86 à 2,88 Å). Les fractions volumiques de phases dépendent de la composition chimique et aussi du traitement thermique ([Lac,90]).



**Fig 2.1.** Coupes verticales du diagramme Fe-Cr-Ni pour 65% Fe ([Lac,90])

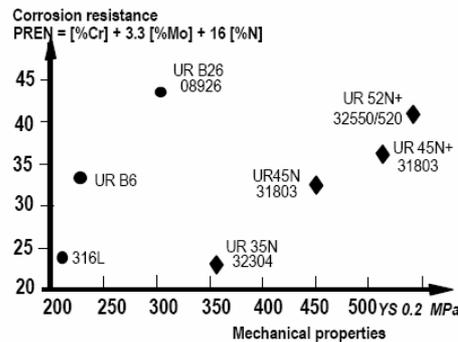
L'importance industrielle des aciers austéno-ferritiques varie fortement selon le produit moulé, corroyé, forgé ou laminé. Ils sont très importants en produits moulés, pour lesquelles ils constituent la majorité de la production, et ils sont encore relativement courants en produits forgés. Cependant, ils représentent une faible proportion de la production en produits longs (barres, tubes, fils), et en produits plats (tôles, bandes, larges). Ceci est dû aux précautions particulières nécessaires pour la fabrication des produits corroyés, surtout laminés. La structure austéno-ferritique impose en effet des précautions d'autant plus précises que la vitesse de corroyage et les taux de réduction sont plus importants. Ainsi, le laminage en barres, en plats ou larges, et surtout en tôles, nécessite des précautions particulières et une très bonne connaissance des conditions optimales de transformation ([Lac,90]).

Leurs propriétés mécaniques élevées permettent un allègement des structures et par leur tenue à la corrosion, ils présentent un rapport qualité/coût très attrayant pour de nombreux marchés spécifiques reconnus pour l'agressivité des milieux (chimie, pétrochimie, eau de mer, dépollution, pâte à papier...). La variété des domaines d'application a également conduit à une optimisation de la composition chimique en fonction des propriétés en service requises ([Lac,90]).

### 2.2.1. Présentation des aciers austéno-ferritiques laminés

Dans le cadre de ce travail, nous nous intéressons plus particulièrement aux alliages industriels dont, après traitement de laminage et d'hypertrempe, les fractions volumiques des phases sont sensiblement équivalentes (c'est le cas des produits en tôles laminés). Les aciers laminés sont obtenus par coulée continue, écrouissage à chaud suivi d'une remise en solution et d'une trempe à l'eau. Le matériau est parfois de nouveau laminé à froid. Leur microstructure est très différente de celle des aciers moulés : la phase austénitique se présente sous forme de lattes

allongées dans la direction de laminage entourées d'une matrice ferritique. En raison de cette structure, le matériau possède une forte anisotropie qui se répercute sur les propriétés mécaniques. Du fait du laminage, ces aciers sont fortement texturés et la ferrite est généralement plus texturée que l'austénite ([Akd,95a], [Akd,95b]). Ils combinent de bonnes propriétés mécaniques et une grande résistance à la corrosion (Fig 2.2) ([Usi,00]). Ceci en fait des produits de choix pour l'ingénierie chimique, le raffinage du pétrole, l'industrie agroalimentaire, la teinturerie, la tannerie et l'industrie du papier ([Lac,90], [Dup,96]).



**Fig 2.2.** Propriétés mécaniques et tenue à la corrosion de quelques nuances d'aciers laminés couramment commercialisés ([Usi,00])

Depuis leur création, ces aciers duplex austéno-ferritiques n'ont cessé d'évoluer au cours des années et la principale évolution dans leur composition chimique a été, certainement, l'augmentation graduelle de leur teneur en azote. En effet, le nickel, élément coûteux, peut être avantageusement remplacé par l'azote tout en conservant les mêmes proportions austénite-ferrite. Il est maintenant bien connu que l'ajout d'azote jusqu'à 0,3 % en poids dans ces matériaux conduit à une amélioration considérable de la limite d'élasticité macroscopique, la résistance à la corrosion et la soudabilité ([Gav,98], [Vog,02]). L'azote est donc l'un des constituants les plus importants dans les aciers duplex austéno-ferritiques laminés. Il joue le rôle de stabilisateur de l'austénite. Son ajout peut modifier la dureté de chaque phase ([Tse,03]). Une augmentation des teneurs en chrome, molybdène, cuivre...confère à l'alliage un durcissement par solution solide supplémentaire. Ce durcissement concerne simultanément les deux phases de l'alliage ([Lac,90]).

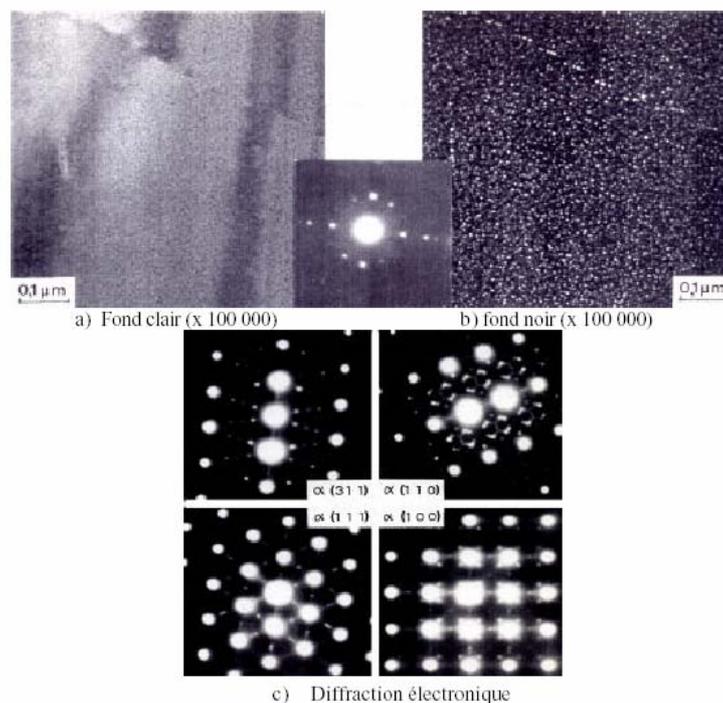
### 2.2.2. Fragilisation des aciers inoxydables par traitement thermique de vieillissement

Le durcissement d'un acier inoxydable peut être provoqué par la diminution de la taille de grain, par solution solide ou par précipitation. La taille des grains d'un acier austéno-ferritique est plus petite que celle des grains d'aciers austénitiques ou ferritiques. La loi de Hall-Petch prévoit alors une dureté plus grande pour l'acier duplex que pour les deux autres. Dans cet acier, il existe, en plus, des joints de phase qui jouent un rôle durcissant considérable. Les grains de ferrite grossissent par maintien à une température supérieure à 600°C alors que cela ne se produit, pour les grains d'austénite, que pour une température supérieure à 900°C ([Pic,78]).

Le vieillissement thermique des aciers austéno-ferritiques à température inférieure à 600°C se caractérise par des transformations microstructurales principalement dans la phase ferritique. Ces transformations provoquent une augmentation de la dureté de la ferrite et, par conséquent, la chute de la résilience du matériau. Les transformations dans la ferrite sont principalement la démixtion  $\alpha/\alpha'$  et la précipitation d'une phase intermétallique riche en Ni, Si et Mo, la phase G ([Gut,91], [Mat,97], [Par,02]) (Fig 2.3). Les particules G sont de structure CFC et de taille très petite (entre 1 et 10 nm généralement et de 50 nm occasionnellement) et elles précipitent, plus ou moins uniformément, dans les grains ferritiques, dépendant de la composition chimique de l'acier. Les particules les plus grosses se forment préférentiellement dans les défauts, les autres se forment dans les interfaces  $\alpha/\alpha'$ . Leur composition dépend non seulement de la composition chimique de l'acier mais également des conditions de vieillissement. Des phénomènes de fragilisation secondaires, lors du vieillissement de très longue durée, comme la précipitation de carbures  $M_{23}C_6$  et la précipitation d'austénite de réversion au sein de la ferrite peuvent également apparaître. Quelques transformations microstructurales peuvent intervenir dans la phase austénitique mais elles sont sans conséquences sur les propriétés mécaniques.

La démixtion de la ferrite (en  $\alpha$  pauvre en chrome et en  $\alpha'$  riche en chrome) peut selon la teneur en chrome et la température se former selon deux mécanismes différents (Fig 2.4) ([Lac,90]):

- par décomposition spinodale ( $280 \leq T \leq 475^\circ\text{C}$ )
- par germination et croissance (souvent à  $500^\circ\text{C}$ )

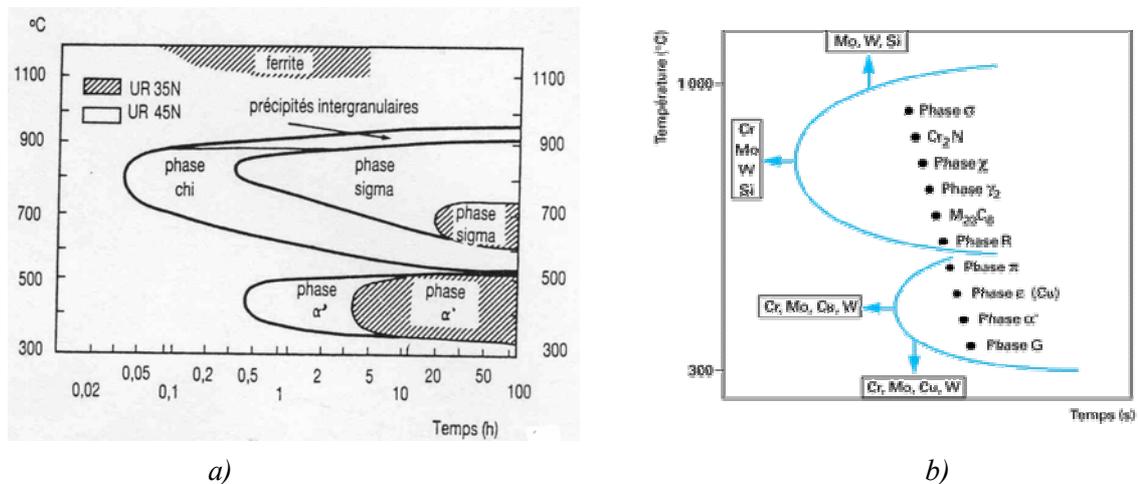


**Fig 2.3.** Précipitation de phase G dans la ferrite dans un acier austéno-ferritique vieilli à  $400^\circ\text{C}$  pendant 4700h ([Sid,90]).

Un réseau continûment interconnecté de  $\alpha'$  de pas variant de 5 à 10 nm et pouvant contenir jusqu'à 80% de chrome se forme.  $\alpha'$  est de structure CC avec un paramètre de maille très proche de celui de  $\alpha$  (entre celui du fer et celui du chrome).

Ces transformations microstructurales ne sont visibles ni en microscopie optique, ni en microscopie électronique à balayage, ni même aux rayons X. Les phases résultantes étant de taille nanométrique et de cristallographies très proches, elles ne peuvent être étudiées que par des techniques plus fines comme la microscopie électronique en transmission, la microsonde atomique, la microscopie Mössbauer ou la technique de la Diffusion des Neutrons aux Petits Angles (DNPA).

Le rôle de la phase G dans le durcissement et la fragilisation de la ferrite reste très controversé dans la littérature. Le durcissement est attribué principalement à la phase  $\alpha'$  ([Mar,64], [Lag,67]). En effet, les écarts de cohérence entre les réseaux cristallins de  $\alpha$  et  $\alpha'$  introduisent des contraintes internes qui réduisent la mobilité des dislocations. De plus,  $\alpha$  et  $\alpha'$  possèdent des modules d'élasticité différents, ce qui modifie l'énergie nécessaire au mouvement d'une dislocation.



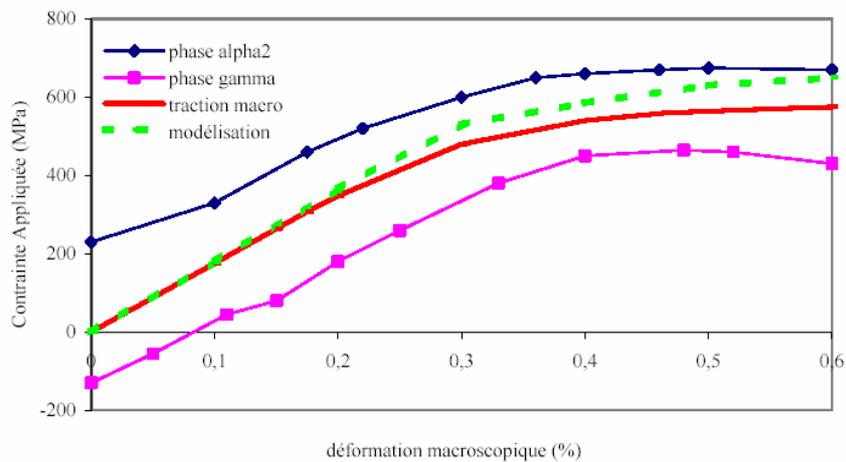
**Fig 2.4.** Courbes TTT des alliages UR35N et UN45N (a) Précipitations possibles dans les pièces en aciers austéno-ferritiques (b) ([Lac,90], [Aym,96]).

### 2.3. Etudes par diffraction des matériaux polycristallins multiphasés

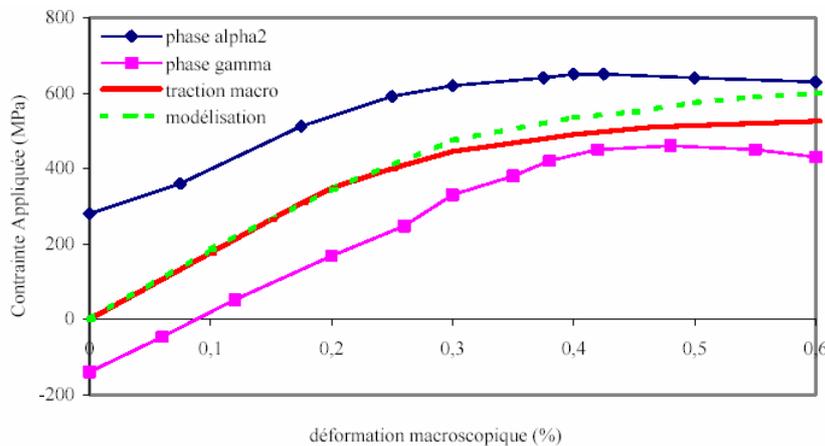
La méthode de DRX a été utilisée pour analyser « *in situ* » le comportement de chacune des phases ( $\gamma$  et  $\alpha_2$ ) d'un alliage TiAl biphasé constituée de grains lamellaires  $\alpha_2$  (les inclusions) et de matrice  $\gamma$  ([Guo,01a-b]). Le modèle Mori-Tanaka a été utilisé dans cette étude pour prévoir le module collectif d'un grain lamellaire. Un modèle de type auto-cohérent en

élasticité et en plasticité isotrope alimenté par des résultats de DRX et des résultats de la modélisation de Mori-Tanaka a permis d'obtenir la loi de comportement globale en fonction de la proportion volumique des grains lamellaires (Fig 2.5).

Les courbes obtenues par la modélisation micromécanique ont été bien en accord avec celles de traction macroscopique. Quand au domaine plastique, la déformation de l'alliage est devenue beaucoup plus compliquée. Cela a été attribué à plusieurs mécanismes intervenant qui n'ont pas été prises en compte dans le modèle développé et utilisé. En effet, les influences de la taille et la forme des grains ainsi que l'hétérogénéité de la microstructure en bandes sur les propriétés mécaniques n'ont pas été prises en compte complètement ([Guo,01a-b]).



a)



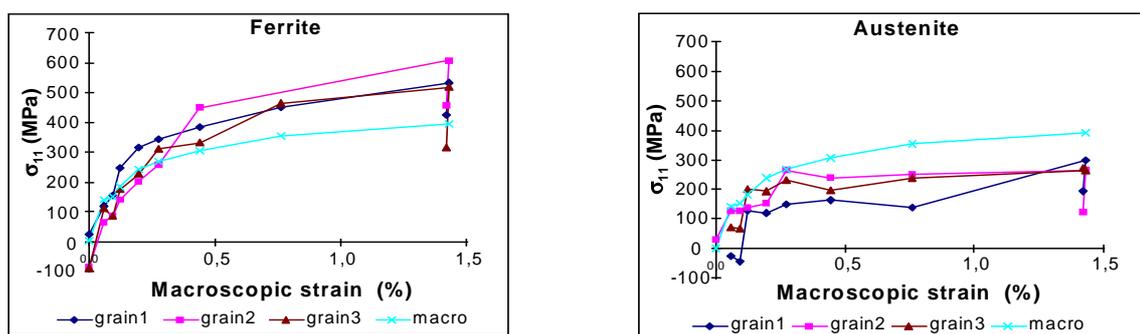
b)

**Fig 2.5** Courbes de traction macroscopique obtenues par DRX, et par modélisation micromécanique pour une éprouvette contenant une proportion de grains lamellaires de a) 60% b) 85% ([Ji,02]).

La diffraction des neutrons a été utilisée afin de mesurer la répartition des déformations dans un composite d'aluminium renforcé de particules de SiC, produit par la métallurgie de poudre, avant et après déformation plastique ([Lev,03]). Une éprouvette a été soumise à un traitement thermique suivi de différents types de déformations élastoplastiques. Un modèle de

type Eschelby a été utilisé afin d'étudier la contribution de différents phénomènes sur l'évolution des contraintes et les résultats ont été comparés avec succès aux prédictions du modèle auto-cohérent de la déformation élastoplastique. La diffraction des neutrons a été également utilisée afin d'étudier la redistribution des déformations élastiques dans un alliage biphasé fer-cuivre et les résultats ont été comparés à des simulations par les méthodes des éléments finis ([Han,05]).

Les propriétés physico-chimiques et mécaniques des aciers austéno-ferritiques ont été étudiées par plusieurs auteurs décrivant le comportement global du matériau: comme les caractéristiques macroscopiques au cours d'un chargement uniaxial, la résistance à la fatigue uniaxiale ([Joh,00]) et biaxiale ([Mat,01]), la résistance à la corrosion, l'endommagement et la rupture ([Yao,92], [Yam,95]). Différentes techniques de diffraction ont été utilisées afin d'étudier le comportement élastoplastique des aciers austéno-ferritiques duplex. La DRX a été mise en œuvre afin de caractériser le comportement mécanique local des phases ferritiques et austénitiques au sein d'un même grain (de grande taille  $\sim 1\text{mm}$ ) d'un acier austéno-ferritique moulé ([Ebe,00], [Mci,00]) (Fig 2.6). En particulier, les états de contrainte ont été déterminés dans les phases austénitique et ferritique de plusieurs grains en charge au cours d'essais de traction. La méthode classique des  $\sin^2 \Psi$  n'a pas pu être utilisée. Une adaptation des mesures des constantes élastiques dans les grains a donc été utilisée dans cette étude ([Mci,00]). Ces expérimentations ont été couplées avec des observations micrographiques afin de relier l'état de contraintes à l'état microstructural (apparition de lignes de glissement, de micro-fissures...). L'acier a été étudié à l'état hypereffluant et après traitement thermique de vieillissement. Un modèle auto-cohérent d'un ensemble de grains biphasés a été développé pour rendre compte du comportement mécanique macroscopique du matériau. La prise en compte de l'endommagement a été obtenue par l'introduction d'une nouvelle phase représentant les fissures. Ainsi ont été déterminées les cissions critiques de l'austénite et de la ferrite à l'état vieilli et non vieilli.



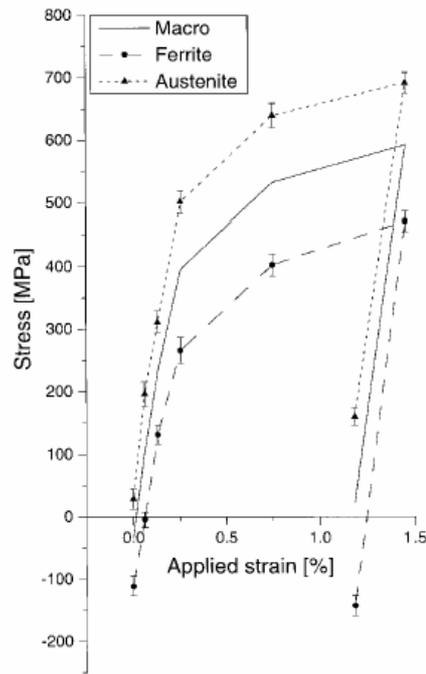
**Fig 2.6:** Evolution des contraintes longitudinales dans les grains étudiés au cours du chargement de traction pour un acier duplex moulé ([Mci,01]).

L'inconvénient de cette méthode est que le comportement statistique moyen du grain ne peut pas être trouvé facilement et quand la taille de grain est petite, la méthode ne peut pas être employée dans le cas des échantillons ayant subi une grande déformation plastique.

D'autres auteurs ont utilisé la technique expérimentale basée sur la mesure par la diffraction standard dans laquelle la dimension du faisceau est beaucoup plus grande que la taille du grain de l'acier austéno-ferritique. Dans ce cas, l'information statistique concernant le comportement des grains a pu être obtenue. Cependant, l'interprétation des résultats expérimentaux effectuée sans tenir compte du biphasage et de l'anisotropie de forme et d'orientation du matériau reste insuffisante. En utilisant la DRX, l'évolution de la texture cristallographique dans les aciers duplex a été étudiée par plusieurs auteurs (voir par exemple [Akd,95a,b]). Les propriétés élastoplastiques et thermoélastiques ont été également étudiées en appliquant la DRX et en comparant les résultats à la méthode des éléments finis ([Joh,99,02], [Mov,02a,b]).

Dans les travaux de Jahansson et al. ([Joh,99,02]), la réparation des contraintes dans un acier duplex à l'azote, laminé à froid jusqu'à 1,5 mm d'épaisseur, après un premier laminage à chaud, a été étudiée. La taille des grains de la phase austénitique est beaucoup plus fine que celle des grains de la ferrite, du à la recristallisation. La détermination des contraintes dans les phases ( $\sigma_{11}^{ph}$ ) à partir des déformations élastiques a été effectuée en utilisant pour l'austénite un paramètre de maille ( $a_0$ ) du matériau non contraint mesuré par DRX après une dissolution chimique de la ferrite. Les surfaces des échantillons ont été préparées par polissage mécanique suivi d'un polissage diamant (1 $\mu$ m) et d'un électropolissage. Aucune profondeur d'électropolissage n'a été indiquée. Le paramètre de maille de la ferrite a été calculé en équilibrant la répartition des contraintes dans le matériau et en supposant que la contrainte normale à la surface superficielle de mesure, ( $\sigma_{33}^{ph}$ ) est nulle. Il a été observé que l'austénite encaisse plus de charge que la ferrite au cours d'un chargement de traction uniaxial « *in situ* » sous DRX selon la direction transverse et qu'elle représente la phase la plus dure dans l'acier biphasé (Fig 2.7). L'anisotropie liée à la texture cristallographique a été également étudiée en analysant d'autres directions de chargement ([Joh,02]).

Dans les travaux de Jia et al. et Peng et al. ([Jia,06] et [Pen,06]), des résultats de répartition de contraintes dans l'austénite et la ferrite obtenus par diffraction des neutrons, pour l'acier duplex austéno-ferritique laminé à froid, montrent d'autres conclusions complètement différentes de celles dans ([Joh,99,02]) lors d'un essai de compression « *in situ* ». La pression critique initiale utilisée dans les calculs est égale à 180 MPa pour l'austénite et égale à 230 MPa pour la ferrite dans ces travaux ([Jia,06]).

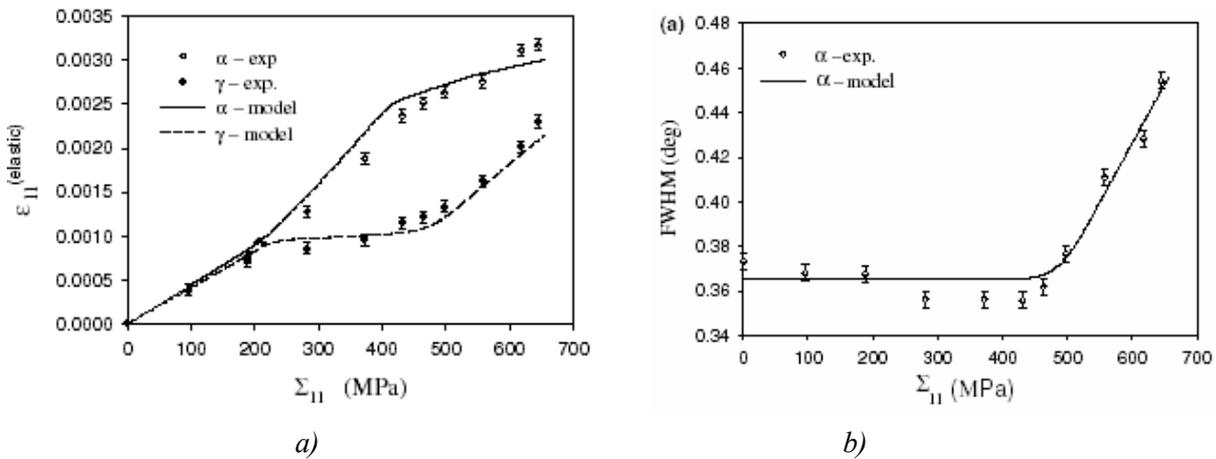


**Fig 2.7** Répartition des contraintes dans chacune des phases d'un acier austéno-ferritique lors d'un chargement en traction, uniaxiaiale, déterminée par DRX ([Joh,02]).

Une grande anisotropie du comportement élastoplastique a été observée quand le chargement a été appliqué dans différentes directions par rapport à la pièce étudiée ([Mov,02a]) et quand les contraintes résiduelles, après la décharge, ont été analysées et interprétées par l'approche auto-cohérente ([Bac,04b]). De plus, différents résultats concernant les limites d'élasticité des deux phases des aciers duplex ont été obtenus pour différentes nuances du matériau, en utilisant différents modes de préparation de la surface et différentes méthodes d'interprétation des données expérimentaux ([Ina,96,98,99,04], [Bac,99], [Joh,99,02], [Mov,02a,b], [Bac,04a]).

Dans les travaux de Baczmanski et al. ([Bac,04a]), des mesures de déformations élastiques par diffraction des neutrons ont été effectuées, pour la même nuance de duplex que l'on étudiera dans ce travail (même coulée d'acier austéno-ferritique UR45N) (cf. chapitre 3), lors d'un essai de traction « *in situ* » le long de la direction transverse. Les essais ont été effectués sur un diffractomètre G52 au LLB à Saclay. Grâce à la faible absorption des neutrons par le matériau, les déformations  $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}^{ph}$  obtenues à partir de ces essais correspondent à ceux du coeur du matériau (plan (111) pour l'austénite et (110) pour la ferrite) et sont mesurées dans la direction du chargement appliqué. Ces mesures ont été confrontées avec succès au modèle auto-cohérent pour une déformation élastoplastique (Fig 2.8). Il a été montré que l'austénite représente la phase la moins dure ( $\tau_c^0(\gamma)=75$  MPa) tandis que la ferrite représente la phase la plus dure ( $\tau_c^0(\alpha)=245$  MPa). Ce résultat est en contradiction avec celui obtenu par d'autres auteurs dans la Fig 2.7 ([Joh,02]). L'évolution de la largeur des raies de diffraction en fonction du chargement macroscopique appliquée a été également comparée à celle des cissions critiques

des deux phases de l'acier austéno-ferritique identifiés par le modèle auto-cohérent ([Bac,04a]).



**Fig 2.8.** a) Evolution des déformations élastiques dans les deux phases mesurées par diffraction des neutrons. b) Comparaison des l'évolution des largeurs des raies de diffraction en fonction de la contrainte appliquée avec l'évolution des cissions critiques de la ferrite ([Bac,04a]).

Dans cette étude, les contraintes résiduelles initiales n'ont pas été mesurées et ont été supposées nulles dans les calculs. En plus, l'information expérimentale n'a été collectée que pour un seul plan réticulaire par phase. L'effet de la texture sur la répartition et l'anisotropie des déformations élastiques selon différents plans de diffraction pour chaque phase ne pouvaient donc pas être mis en évidence dans ces travaux.

# Chapitre 3

## Matériaux et méthodes expérimentales

### 3.1. Introduction

Dans ce chapitre les matériaux étudiés, les investigations expérimentales, les techniques ainsi que les équipements utilisés seront présentés. On décrira la microstructure des matériaux et les différentes conditions des expérimentations réalisées.

### 3.2. Matériaux étudiés

Les matériaux étudiés sont des aciers inoxydables austéno-ferritiques contenant environ 50% d'austénite( $\gamma$ ), de structure cubique à faces centrées, et 50% de ferrite( $\alpha$ ) de structure cubique centrée. La composition chimique en pourcentage massique et les caractéristiques mécaniques sont données dans les tableaux 3.1 et 3.2. Ces trois nuances sont très utilisées et diffèrent principalement par les teneurs en azote, élément gammagène et par les teneurs en chrome et molybdène qui sont des éléments alphagènes. Ces alliages sont obtenus par coulée continue, puis laminage à chaud de tôles jusqu'à 15mm d'épaisseur. Ils sont fournis à l'état hypertrempé (1050°C), afin d'éviter la précipitation de phases secondaires.

Euronorm / Désignation commerciale	C	Mn	Cr	Ni	Mo	Cu	S	N	Fe
X2 Cr Ni 23.4 (UR35N)	0,016	1,44	<b>22,79</b>	4,58	<b>0,17</b>	0,19	0,001	<b>0,094</b>	Bal.
X2 Cr Ni Mo 22.5.3 (UR45N)	0,015	1,6	<b>22,4</b>	5,4	<b>2,9</b>	0,12	0,001	<b>0,17</b>	Bal.
X2 Cr Ni Mo Cu N 25.6.3 (UR52N+)	0,016	1,02	<b>25,18</b>	6,46	<b>3,78</b>	1,61	0,0005	<b>0,251</b>	Bal.

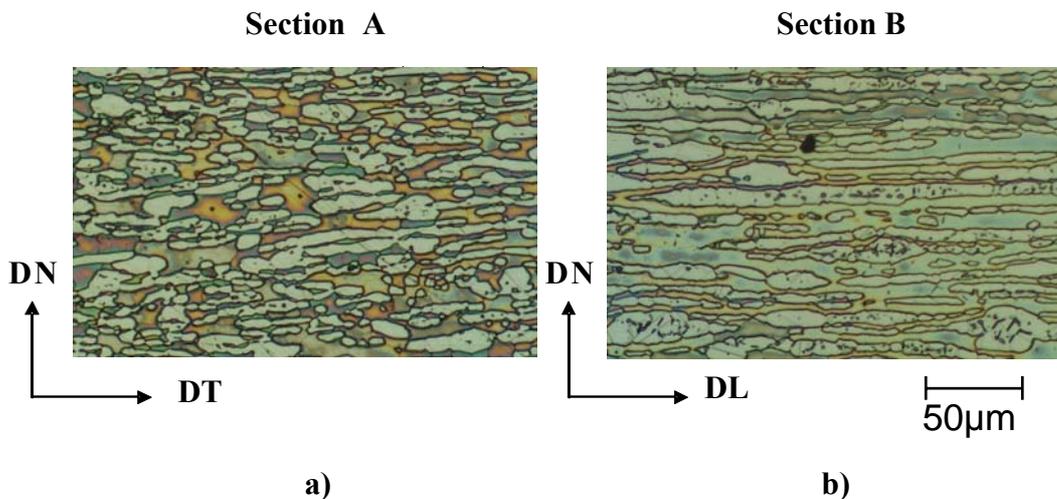
Tableau 3.1. Composition chimique des aciers duplex en pourcentage massique

Acier Duplex	Rp0,2 (MPa)	Rm (MPa)	Dureté HV10 (Données fournisseur)	Dureté HV2	
				Section A (Fig 3.1)	Section B (Fig 3.1)
UR35N	400	600	205 ± 5	215 ± 5	210 ± 8
UR45N	480	680	235 ± 5	240 ± 8	232 ± 10
UR52N+	550	770	265 ± 5	255 ± 7	265 ± 10

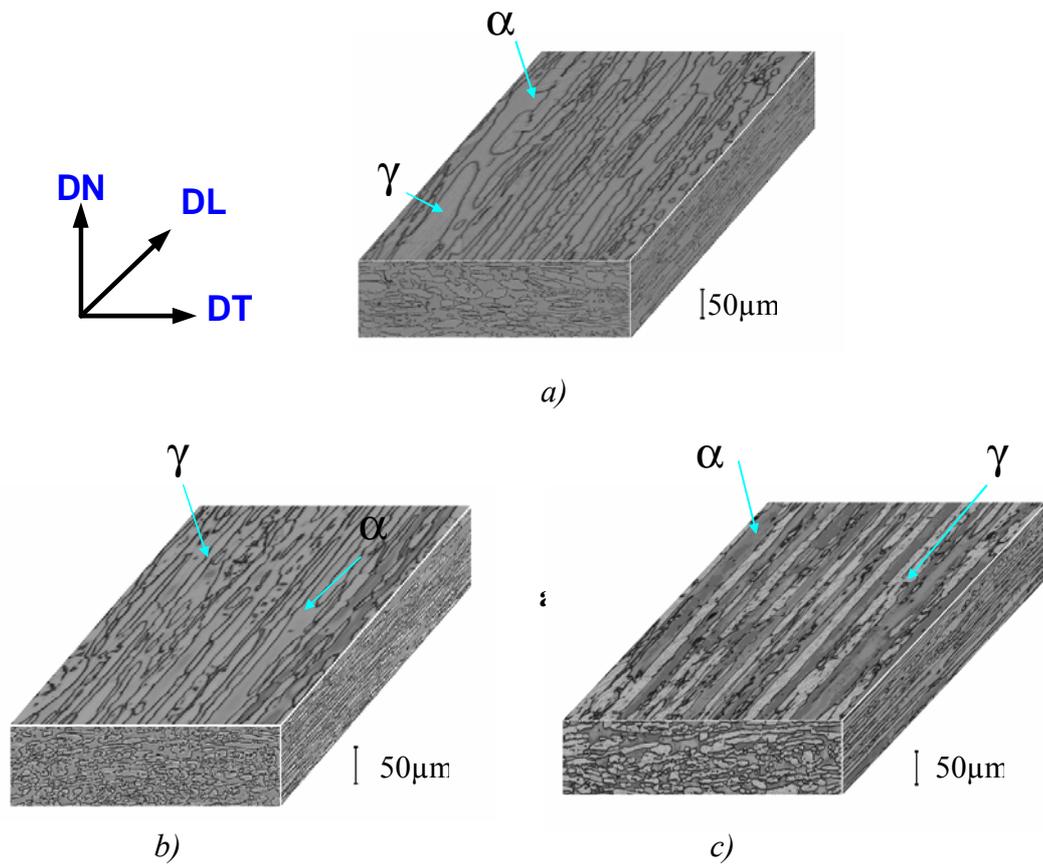
**Tableau 3.2.** Caractéristiques mécaniques

Les résultats des mesures de dureté Vickers effectuées sur les trois nuances pour deux sections de prélèvement différentes (Fig 3.1), avec une charge de 2kg pendant 15s sont donnés dans le tableau 3.2 et sont comparés aux résultats des macroduretés fournies dans les fiches techniques des matériaux. Les mesures sont en accord avec les données techniques et les macroduretés mesurées sur les deux sections A et B sont similaires.

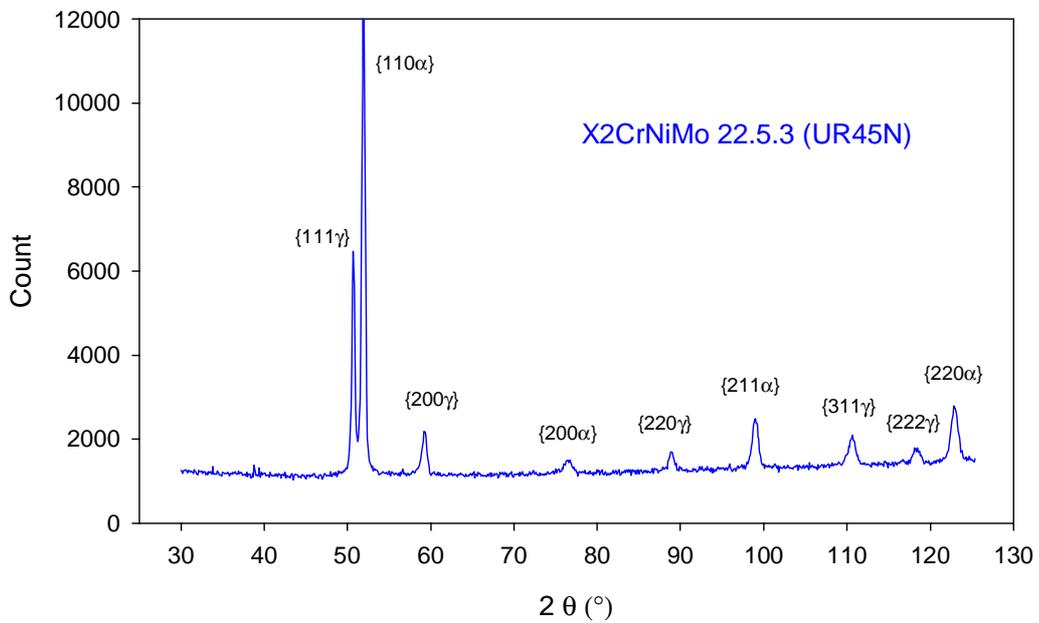
La microstructure des trois nuances d'acier duplex austéno-ferritique se présente globalement par des îlots d'austénite, allongés selon la direction de laminage, dans une matrice ferritique (Fig 3.2). La taille des îlots austénitiques est typiquement dans l'intervalle 10-20µm dans la direction normale, 50-100µm dans la direction transverse et 100-500µm dans la direction de laminage. La distance entre les îlots d'austénite est typiquement dans l'intervalle 10-50µm. Aucune phase secondaire n'a été observée par micrographie optique (Fig 3.1 et Fig 3.2) ni dans les diffractogrammes de rayons X réalisés à l'aide d'une anticathode en cobalt ( $\lambda_{Co} = 0,176nm$ ) sur un diffractomètre de type D500 au laboratoire d'ingénierie des matériaux (LIM) (Fig 3.3).



**Fig 3.1.** Orientations des sections sur lesquelles la micro-dureté Vickers est effectuée, DL (Direction de laminage) est perpendiculaire au plan A (a) et DT (Direction transverse) est perpendiculaire au plan B (b). Acier duplex UR45N.



**Fig 3.2.** Microstructure tridimensionnelle des aciers inoxydables duplex UR35N (a), UR45 N (b) et UR52N+ (c). DL : Direction de laminage, DN : Direction normale, DT : Direction transverse



**Fig 3.3.** Diffractogramme complet typique des aciers étudiés, obtenu par des balayages en  $\theta-2\theta$  en utilisant une radiation de Cobalt de longueur d'onde  $\lambda_{K\alpha Co} = 0,176\text{nm}$  et en utilisant un filtre de Fer.

### **3.3. Investigations expérimentales**

#### **3.3.1. Mesure de la microdureté Vickers**

La préparation de la surface, pour des essais de microdureté Vickers, est réalisée par polissage mécanique doux suivi d'un polissage électrolytique, afin de diminuer les effets du polissage mécanique et éliminer la couche superficielle déformée plastiquement, et d'une légère attaque chimique pour révéler les phases. Toutes les mesures de microdureté dans les phases des aciers étudiés dans ce travail sont effectuées avec une charge de 25g pendant 15s. Les mesures sont effectuées sur deux différentes sections (Fig 3.1).

#### **3.3.2. Mesure des déformations élastiques par DRX**

Les méthodes de diffraction permettent de fournir plusieurs informations sur le comportement mécanique d'un ensemble de grains lors d'une déformation élastoplastique. Comme il a été détaillé dans le chapitre 1, la détermination des contraintes résiduelles par les techniques de diffraction est basée sur la mesure des distances inter-réticulaires pour différentes orientations du vecteur de diffraction par rapport à la pièce étudiée ([Noy,87], [Bac,94]) (Fig 1.7). Pour déterminer l'évolution des déformations élastiques et des contraintes lors d'un chargement mécanique uniaxial, les distances inter-réticulaires doivent être mesurées pour une déformation donnée et après la stabilisation de la contrainte macroscopique appliquée dans l'échantillon, de telle sorte que la contrainte ne varie plus pendant la durée de la mesure. En effet, le temps de mesure d'une contrainte par la DRX peut être relativement long, et afin de ne pas perturber les mesures par la relaxation des contraintes due à la viscoplasticité, leur stabilité dans la zone mesurée doit être assurée au cours des mesures. La stabilisation se produit quand la variation de la contrainte appliquée est quasiment arrêtée (la vitesse de déformation quasiment nulle mais l'échantillon reste soumis à la contrainte appliquée) ou quand la contrainte appliquée et la déformation élastique sont déchargées. Les deux situations mènent à la relaxation des contraintes, et le comportement final de l'échantillon peut être approché par le modèle auto-cohérent dans son approche indépendante de la vitesse.

Des informations supplémentaires, concernant l'évolution des densités de dislocations, peuvent être obtenues à l'aide de l'analyse des élargissements des raies de diffraction. Quand le matériau présente plus d'une phase, la mesure pour différentes raies de diffraction permet la distinction des différentes phases du matériau et donc d'étudier le comportement de chaque phase indépendamment ([Ebe,00], [Mci,00], [Ina,98], [Ina,99], [Joh,99], [Mov,02], [Bac,99,03,04]). Il est donc possible de suivre l'évolution des contraintes (à partir de la position des raies de diffraction) et de la densité de dislocations (à partir des profils des raies de diffraction) pendant l'essai de traction par des mesures sur différents plans de plans réticulaires correspondant à l'austénite et à la ferrite.

Afin de suivre la réponse, de chacune des phases de l'acier duplex étudié, à un chargement mécanique, des essais de traction uniaxiale « *in situ* », sous le diffractomètre de rayons X sont réalisés. A partir de la tôle de l'acier étudié, des éprouvettes de traction sont prélevées par un découpage par électroérosion à fil suivi de polissage (mécanique et électrolytique). Les chargements en traction uniaxiale sont réalisés selon différentes directions de laminage pour les trois nuances étudiées. La géométrie et les dimensions des éprouvettes de traction sous DRX sont reportées dans l'annexe 2.

La DRX est utilisée pour mesurer les variations des distances inter-réticulaires selon la direction de la normale aux plans diffractants de chacune des phases de l'acier duplex, à partir de la variation de l'angle de diffraction  $2\theta$ , sous l'effet du chargement de traction uniaxiale. Ces mesures sont réalisées au LIM à l'ENSAM-Paris sur deux diffractomètres SET-X (Fig 3.4.a), l'un étant équipé d'une anticathode de manganèse ( $\lambda K_{\alpha}(\text{Mn}) = 0,21035 \text{ nm}$ ) pour l'analyse dans l'austénite et l'autre équipé d'une anticathode de chrome ( $\lambda K_{\alpha}(\text{Cr}) = 0,22911 \text{ nm}$ ) pour analyser la ferrite. Les acquisitions sont réalisées, pour chaque phase séparément, sur les plans  $\{311\}$  pour l'austénite et  $\{211\}$  pour la ferrite. Les mesures sont effectuées pour deux directions  $\phi$  ( $0^\circ$  et  $90^\circ$ ) et pour 25 angles  $\psi$  permettant d'avoir une gamme de  $\sin^2\psi$  s'étendant entre 0 et 0,8 et pour les angles  $\psi$  négatifs et positifs. (cf. annexe 3) (Fig 1.7).

La zone étudiée en DRX est de dimensions  $5 \times 5 \text{ mm}$ . Pour chaque niveau de chargement mécanique et après stabilisation de la contrainte macroscopique appliquée ( $\Sigma_{11}$ ), les mesures des déplacements de raies de diffraction  $(\Delta 2\theta)_{\phi\psi}$  sont effectuées (Fig 3.5). Un temps de stabilisation, après chargement, d'une heure environ est adopté. La force appliquée est mesurée par un capteur de force annulaire et la déformation macroscopique est mesurée à l'aide d'une jauge de déformation placée au même niveau que la surface analysée par la DRX (Fig 3.4.b).

L'analyse des contraintes résiduelles initiales par DRX est effectuée, sur un diffractomètre de haute résolution de type 4 cercles « Seifert » au LIM (Fig 3.6). Les acquisitions sont réalisées, pour chaque phase séparément, sur le plan (211) pour la ferrite en utilisant une anticathode de chrome avec le rayonnement  $K_{\alpha}$  ( $\lambda K_{\alpha}(\text{Cr}) = 0,22911 \text{ nm}$ ) et sur le plan (311) pour l'austénite en utilisant la même anticathode mais avec le rayonnement  $K_{\beta}$  ( $\lambda K_{\beta}(\text{Cr}) = 0,20848 \text{ nm}$ )

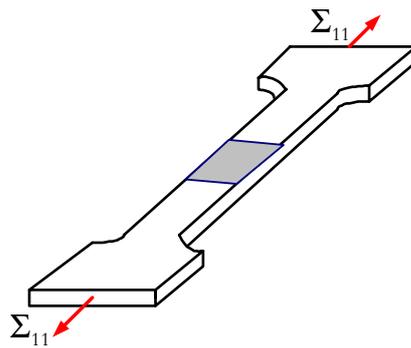


a)



b)

**Fig 3.4.** *Diffraction SETX utilisé (a) Montage de chargement de traction : Capteur de force, pont d'extensométrie et machine de traction uniaxiale (b)*



**Fig 3.5.** *Eprouvette DRX avec la zone étudiée grisée. Les plans de prélèvement seront indiqués dans le chapitre suivant.*



**Fig 3.6.** *Diffraction Seifert*

### 3.3.3. Mesure des déformations élastiques par la diffraction des neutrons

Comme indiqué dans le chapitre 1, la mesure de la déformation par diffraction neutronique est basée sur la mesure précise des variations des  $d_{hkl}$  (Fig 3.7). La méthode la plus commune est d'utiliser le rayonnement monochromatique et de détecter de telles variations par l'intermédiaire de la variation de l'angle de diffraction  $2\theta_{hkl}$ .

Il existe deux techniques pour produire les neutrons. La première consiste à utiliser des réacteurs nucléaires qui permettent d'obtenir des faisceaux de neutrons très intenses. La seconde technique utilise plutôt des accélérateurs linéaires. Les mesures des déformations élastiques présentées dans ce travail ont été effectuées à l'aide de la source des neutrons pulsés « ISIS facility, Rutherford Appleton Laboratory, en Grande Bretagne ». Dans ce type de source des neutrons, des protons sont accélérés aux énergies élevées (par exemple 800MeV à ISIS ([ISI,02])), et ensuite dirigés vers une cible de poids atomique important (de type Uranium, Tungstène...). La réaction nucléaire entre les protons et les noyaux de la cible produit des neutrons, réaction connue par « *spallation* ». En moyenne, un proton accéléré produit approximativement 15 neutrons. Les neutrons passent à travers l'hydrogène liquide ou le méthane, afin de réduire leurs énergies, en augmentant leurs longueurs d'ondes à des longueurs appropriées pour la diffraction des plans atomiques.

Dans la méthode de *temps-de-vol*, bien adaptée à ce type de source, les impulsions de neutrons parcourent une distance L le long d'une ligne de faisceau. Le temps-de-vol des neutrons, t, est proportionnel à la longueur d'onde  $\lambda$  (Eq 3.1) :

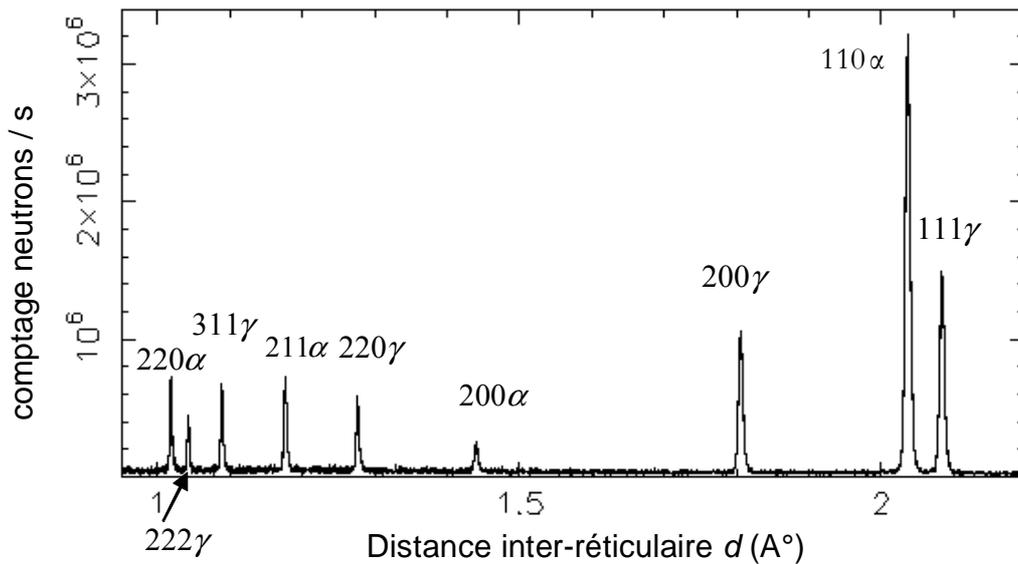
$$\lambda = \frac{h}{m_n v} = \frac{ht}{m_n L} \quad (3.1)$$

où h est la constante de Planck,  $m_n$  est la masse des neutrons et v est la vitesse des neutrons. Les détecteurs sont placés à un angle de diffraction  $\theta$  fixe, et l'intensité est enregistrée en fonction du temps. En substituant  $\lambda$  dans l'équation de Bragg, on obtient :

$$t = \frac{2m_n L \sin \theta_{hkl}}{h} d_{hkl} \quad (3.2)$$

Dans ce cas, la mesure de la déformation dépend de la mesure précise de la variation du temps-de-vol et puisque  $d_{hkl}$  est proportionnel à t, la déformation élastique est donnée simplement par :

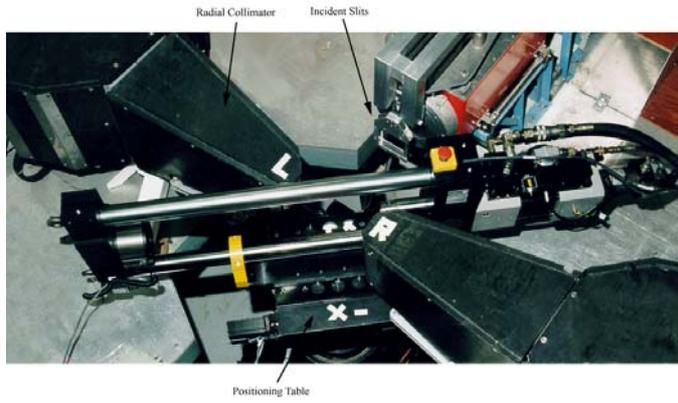
$$\langle \varepsilon_{ii} \rangle_{\{hkl\}} = \frac{1}{V_r} \int_{V_r} \varepsilon_{ii} dV = \frac{\langle d^\Sigma \rangle_{\{hkl\}} - \langle d^0 \rangle_{\{hkl\}}}{\langle d^0 \rangle_{\{hkl\}}} = \frac{\Delta t_{hkl}}{t^{init}} \quad (3.3)$$



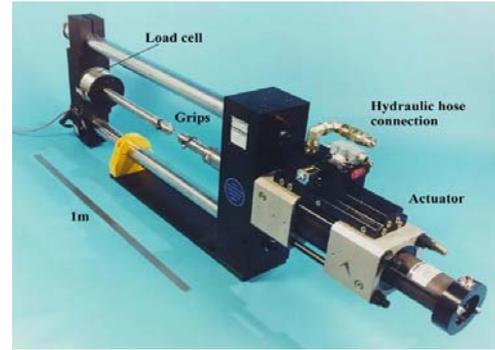
**Fig 3.7** Spectre typique obtenu par la méthode de temps de vol de l'acier duplex UR45N étudié

Les mesures de ces déformations élastiques par diffraction des neutrons sont réalisées à l'aide du nouvel instrument ENGIN-X (Fig 3.8) de dernière génération à « Spallation neutron source (ISIS) ». L'instrument ENGIN-X comporte deux détecteurs placés de part et d'autre du faisceau incident faisant un angle de diffraction de  $90^\circ$  (Fig 3.9). Les détecteurs mesurent le temps de résolution, dans un spectre, de tous les pics de diffraction ayant été produits par la diffraction des différentes familles de grains. Ces grains sont orientés de telle façon que la normale à leurs familles de plans  $\{hkl\}$  fasse un angle de  $45^\circ$  par rapport au faisceau incident. L'axe de chargement est orienté horizontalement avec un angle de  $45^\circ$  par rapport au faisceau incident, permettant une mesure simultanée de la déformation élastique dans deux différentes directions perpendiculaires. Une description détaillée de cet instrument peut être trouvée dans ([Dan,03]).

Une fente de dimensions  $4 \times 4 \text{ mm}^2$  est utilisée afin de définir le faisceau de neutrons incident. Les collimateurs radiaux devant chaque détecteur définissent une ouverture de sortie des neutrons de 4 mm de largeur. Ainsi le volume étudié par la diffraction des neutrons est un cube de dimension  $4 \times 4 \times 4 \text{ mm}^3$ . Les mesures sont effectuées pour une série de chargements appliqués, en utilisant un temps de comptage d'approximativement 20 minutes pour chaque acquisition. La déformation appliquée est maintenue constante lors des mesures quand le chargement est complètement stabilisé. Les mesures sont exécutées en utilisant la méthode de diffraction de temps-de-vol.



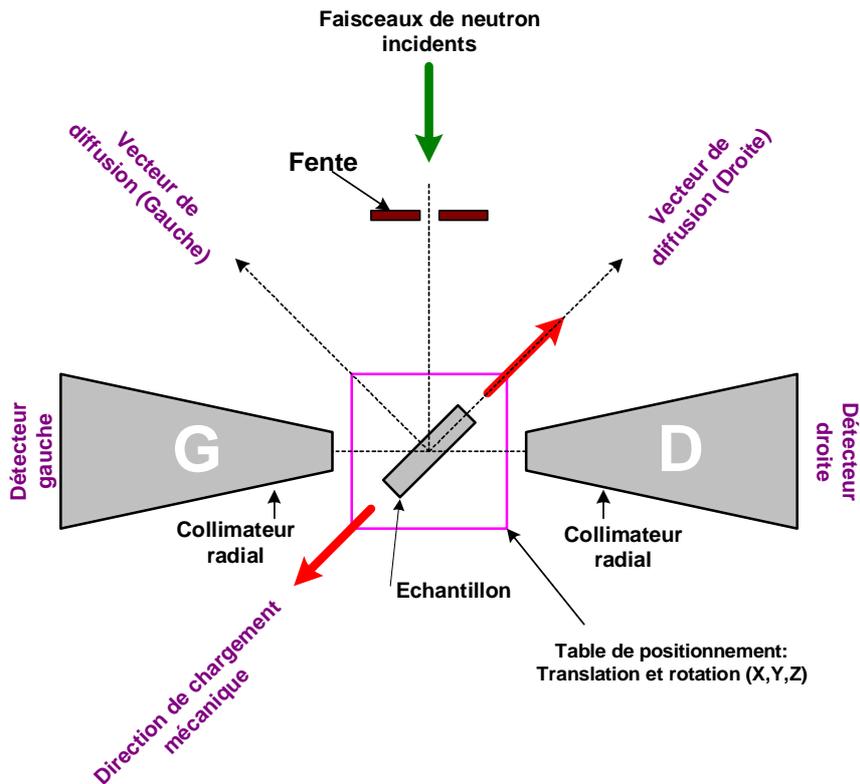
a)



b)

**Fig 3.8.** (a) Instrument ENGIN-X, (b) Machine de chargement mécanique

La déformation macroscopique lors des différents types de chargement mécanique (traction, compression, cyclique...) est mesurée à l'aide d'un extensomètre sur une longueur utile de 12,5 mm.



**Fig 3.9.** Schéma du montage ENGIN-X, vue de dessus.

Les contraintes résiduelles, que ce soit les contraintes initiales ou après relaxation totale des éprouvettes déformées plastiquement, sont déterminées en tenant compte de l'anisotropie des

constantes élastiques et de la texture cristallographique ([Bac,03]). Le diffractomètre ENGIN-X est utilisé pour mesurer les distances inter-réticulaires pour une gamme de  $\sin^2\psi$  de ( 0 à 1 ) et pour des angles  $\psi$  négatifs et positifs (pour  $\phi=0^\circ$  et  $\phi=90^\circ$ ).

#### **3.3.4. Détermination de la texture cristallographique**

Du fait du procédé de laminage à chaud, les deux phases présentent généralement une texture cristallographique prononcée. La détermination de texture est primordiale, car en plus d'apporter une information qualitative sur les orientations des grains, elle en apporte une information quantitative essentielle pour la modélisation de la déformation élastoplastique et pour le calcul des constantes élastiques radiocristallographiques anisotropes ([Ebe,00], [Mci,00], [Bac,94], [Dol,79], [Bra,87]). En utilisant la diffraction des rayons X sur le diffractomètre haute résolution "Seifert" (LIM, ENSAM de Paris), les figures de pôles expérimentales  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{110\}$ ,  $\{311\}$  et  $\{200\}$ ,  $\{220\}$ ,  $\{211\}$  sont déterminées pour les phases austénitiques et ferritiques, respectivement. En utilisant l'algorithme de WIMV ([Kal,90]), les fonctions de distribution des orientations cristallines (Fdoc, cf. ([Bun,82])) sont calculées à partir des figures de pôles expérimentales, pour chaque phase indépendamment.

# Chapitre 4

## Analyse du comportement des phases d'un acier inoxydable austéno-ferritique par diffraction des rayons X et modélisation auto-cohérente

### 4.1. Introduction

Les aciers austéno-ferritiques sont hétérogènes, et chacune des phases aura une réponse différente sous un chargement appliqué en raison de leurs différences de propriétés physico-chimiques et mécaniques. Dans ce chapitre, l'étude porte sur l'analyse de la répartition des contraintes (d'ordre I) dans les deux phases d'un acier duplex inoxydable austéno-ferritique hyperefforté (Fig 3.1), sous un chargement mécanique de traction uniaxiale par la méthode de DRX et la modélisation auto-cohérente. L'influence du mode de préparation de la surface d'étude et du gradient initial de contrainte sera étudiée et discutée. Une attention particulière sera prêté à l'influence des contraintes résiduelles initiales sur le comportement mécanique des phases de l'acier inoxydable. Le comportement des grains proches de la surface, qui ne sont pas complètement incorporés dans la matrice, peut être différent de celui de ceux à l'intérieur du matériau et le volume étudié par les rayons X est beaucoup plus petit que le volume qui pourrait être étudié par la diffraction des neutrons ou au synchrotron. Pour cela, les résultats obtenus par la technique de DRX seront comparés à des résultats obtenus, dans la littérature, sur la même coulée d'acier austéno-ferritique en utilisant la diffraction des neutrons ([Bac,04a]). Les paramètres reliés directement à la densité de dislocations seront déterminés expérimentalement à partir de l'évolution de l'élargissement des raies de diffraction de chaque phase au cours de la déformation élastoplastique et seront comparés aux résultats théoriques du modèle auto-cohérent par l'analyse de l'évolution des cisssions critiques des phases ( $\tau_c^{\text{ph}}$ ).

### 4.2. Détermination des contraintes : Diffraction / modélisation

#### 4.2.1. Analyse des contraintes

En utilisant la loi de Bragg, les distances inter-réticulaires sont calculées à partir des déplacements des raies de diffraction dans chaque phase séparément. Les contraintes sont déterminées en appliquant une procédure de lissage des courbes des  $\sin^2 \psi$  (cf. [Bac,03]) dans laquelle les constantes élastiques radiocristallographiques (CER), calculées par l'approche auto-

cohérente, sont utilisées (paragraphe 1.3 et 1.6.3.3). L'avantage de cette méthode est que les contraintes moyennes dans les phases peuvent être déterminées en tenant compte de l'anisotropie des efforts d'incompatibilité.

Afin de calculer le tenseur de localisation  $\mathcal{A}$  dans l'Eq 1.65, on a besoin du tenseur  $\mathbf{C}^M$  de l'acier austéno-ferritique (cf. paragraphe 1.6.3.3). Le tenseur  $\mathbf{C}^M$  est approximativement égal aux tenseurs des phases individuelles austénitique et ferritique (Tableau 4.1). Il a été vérifié, pour l'acier biphasé étudié, que lorsque l'on utilise le tenseur  $\mathbf{C}^M$  du matériau étudié à la place des tenseurs des constantes d'élasticité de la phase individuelle austénitique ou ferritique les résultats de contraintes varient d'environ 2 %. Les tenseurs de rigidité des phases ( $\mathbf{C}^\gamma$  et  $\mathbf{C}^\alpha$ ) sont donc utilisés dans les calculs afin de nous permettre de simplifier la procédure et de pouvoir calculer le tenseur  $\mathbf{X}$  et ensuite le tenseur  $\mathbf{R}_{ij}^{(A)}$  séparément pour chaque phase (cf. paragraphe 1.6.3.3). L'influence de la texture cristallographique, de l'anisotropie du cristal et de la forme ellipsoïdale des inclusions est prise en considération dans l'analyse.

Il est important de noter que la détermination du tenseur des contraintes dans les matériaux monophasés est fondée sur l'hypothèse qu'aucun effort normal à la surface étudiée n'est présent dans la couche irradiée par les rayons X. Dans ce cas, on considère que la macrocontrainte  $\sigma_{33}^M$  est complètement relaxée dans la couche superficielle et peut être considérée nulle. Par conséquent, la valeur du paramètre de maille du matériau non contraint n'est plus nécessaire pour déterminer les valeurs des contraintes  $\sigma_{11}^M$  et  $\sigma_{22}^M$  ([Noy,87], [Bac,94]). Cependant, dans les matériaux multiphasés, et en raison des interactions intergranulaires, une contrainte  $\sigma_{33}^{ph}$  différente de zéro, à l'échelle de la phase, peut être présente dans chaque constituant du matériau multiphasé (comme c'est le cas pour les aciers duplex), même dans la couche irradiée par les rayons X. Par conséquent, si les valeurs des distances inter-réticulaires, dans les phases étudiées pour l'acier exempt de toutes contraintes, sont inconnues, les valeurs de  $(\sigma_{11}^{ph} - \sigma_{33}^{ph})$  et  $(\sigma_{22}^{ph} - \sigma_{33}^{ph})$  seront déterminées à la place des contraintes  $\sigma_{11}^{ph}$  et  $\sigma_{22}^{ph}$ .

#### 4.2.2. Calculs et prédictions du modèle

Tous les modèles de la déformation élastoplastique peuvent décrire l'interaction entre un grain et sa matrice environnante. Les estimations auto-cohérentes de la déformation élastoplastique sont très commodes pour l'étude théorique des propriétés mécaniques des milieux cristallins aux échelles microscopiques et macroscopiques et traduisent raisonnablement leurs interactions moyennes tout en permettant de prendre en compte des paramètres de distribution spatiale des grains. Afin de comprendre les phénomènes physiques qui ont lieu dans chacune des phases de l'acier étudié et afin d'interpréter les résultats expérimentaux de diffraction, le schéma auto-cohérent pour une déformation élastoplastique est utilisé ([Lip,89], [Lip,95], [Zat,00]). Le modèle auto-cohérent est utilisé dans ce travail dans le but d'analyser la répartition des

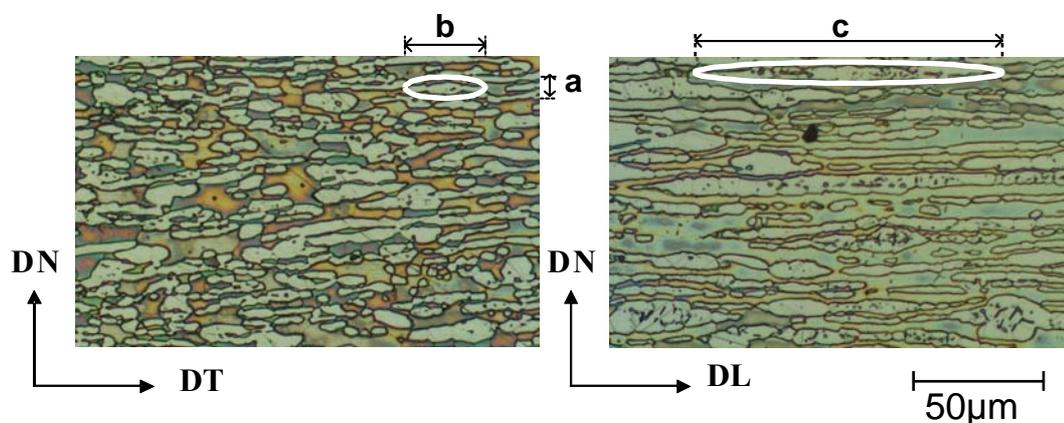
contraintes dans les phases et de déterminer les cissions critiques ainsi que les paramètres d'écroutissage dans les deux phases austénitique et ferritique de l'acier duplex étudié, soumis à un chargement de traction uniaxiale. Dans le modèle utilisé, on considère que l'évolution des propriétés des grains est due aux phénomènes de glissement et à la déformation sous une contrainte locale appliquée  $\sigma_{ij}$ . Le modèle utilisé est détaillé dans le paragraphe 1.3.

Les calculs sont effectués pour 10000 inclusions ellipsoïdales ( $a/c=0,1$  et  $b/c=0,2$ ; voir Fig 4.1.) qui représentent les grains d'austénite (5000 grains) et de ferrite (5000 grains). Les rapports  $a/c$  et  $b/c$  sont déterminés par des observations de micrographies et représentent les moyennes de plusieurs mesures. Les orientations des grains sont établies par les Fdoc pour les deux phases et introduites comme paramètres initiaux dans les calculs. Deux familles de systèmes de glissement sont supposées actives pour la phase ferritique ( $\langle 111 \rangle \{110\}$  et  $\langle 111 \rangle \{211\}$ ) cependant une seule famille de systèmes est utilisée pour la phase austénitique ( $\langle 110 \rangle \{111\}$ ).

Le comportement élastique du grain est caractérisé par les constantes élastiques anisotropes (Tableau 4.1). La comparaison des résultats expérimentaux de diffraction avec ceux identifiés par le modèle permet de déterminer les cissions critiques initiales des deux phases ( $\tau_c^o(\gamma)$  et  $\tau_c^o(\alpha)$ ) et les paramètres d'écroutissage ( $H(\gamma)$  et  $H(\alpha)$ ), qui représentent les quatre principales inconnues. Les cissions critiques  $\tau_c$  de chacun des systèmes de glissement sont généralement considérées comme initialement identiques sur tous les systèmes.

	$c_{11}$ (GPa)	$c_{12}$ (GPa)	$c_{44}$ (GPa)
Austénite	198	125	122
Ferrite	231	134	116

**Tableau 4.1.** Constantes d'élasticité du cristal



**Fig 4.1.** Forme de l'inclusion ellipsoïdale théorique.

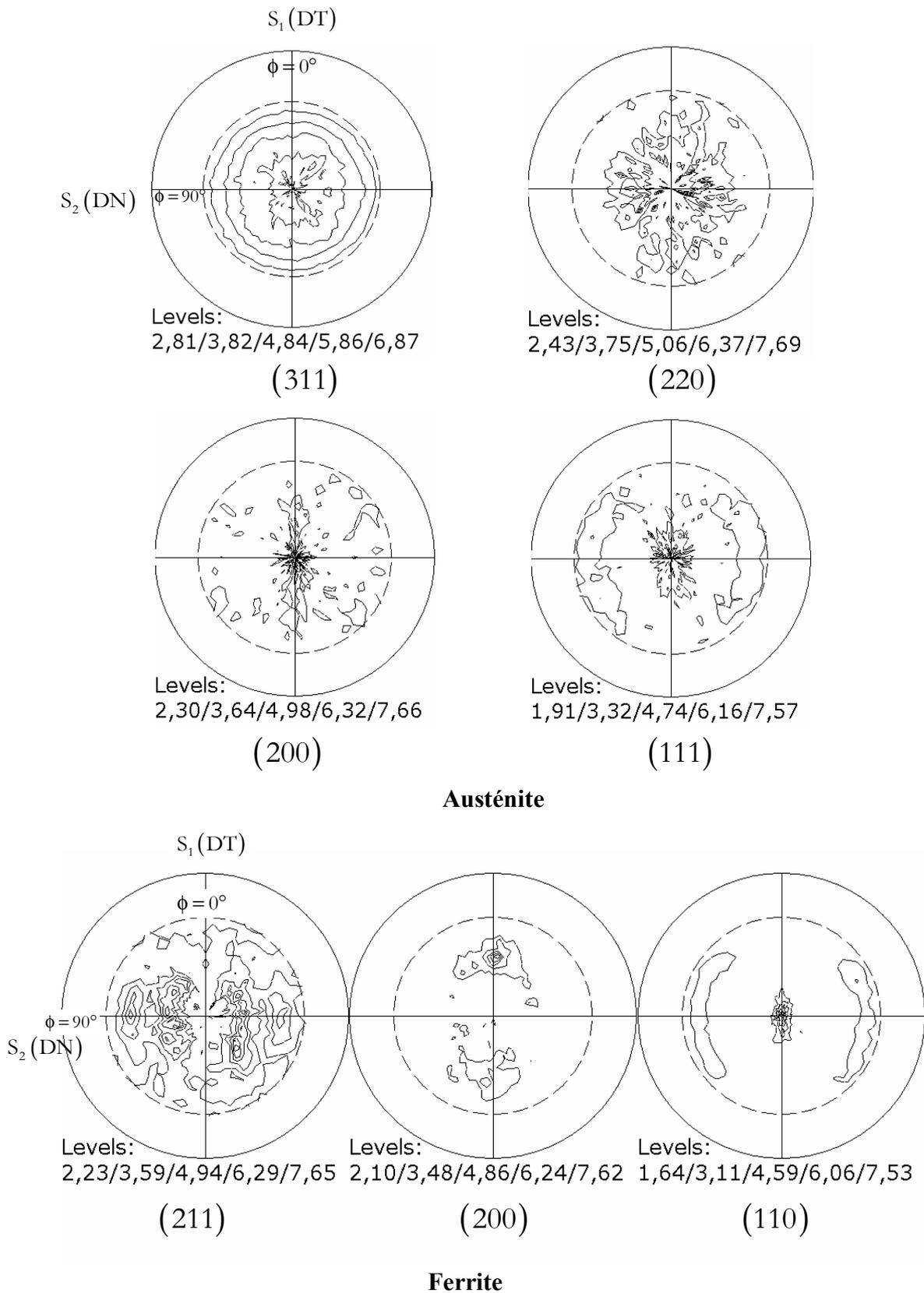
## **4.3. Résultats et discussions**

### **4.3.1. Texture cristallographique**

La fonction de densité des orientations cristallines (Fdoc) de la nuance d'acier duplex austéno-ferritique étudiée, calculée à partir des figures de pôles expérimentales, montre que la phase ferritique est plus texturée que la phase austénitique (Fig 4.2 et 4.3). La texture mesurée est caractéristique des aciers austéno-ferritiques laminés à chaud et elle est en accord avec la littérature ([Akd,95a-b]). Cette texture, déterminée par la méthode proposée dans ([Kal,90]) est, comme mentionné ci-dessus, utilisée dans le calcul des CER et elle est introduite comme donnée initiale dans le modèle auto-cohérent de la déformation élastoplastique pour définir les orientations initiales des grains.

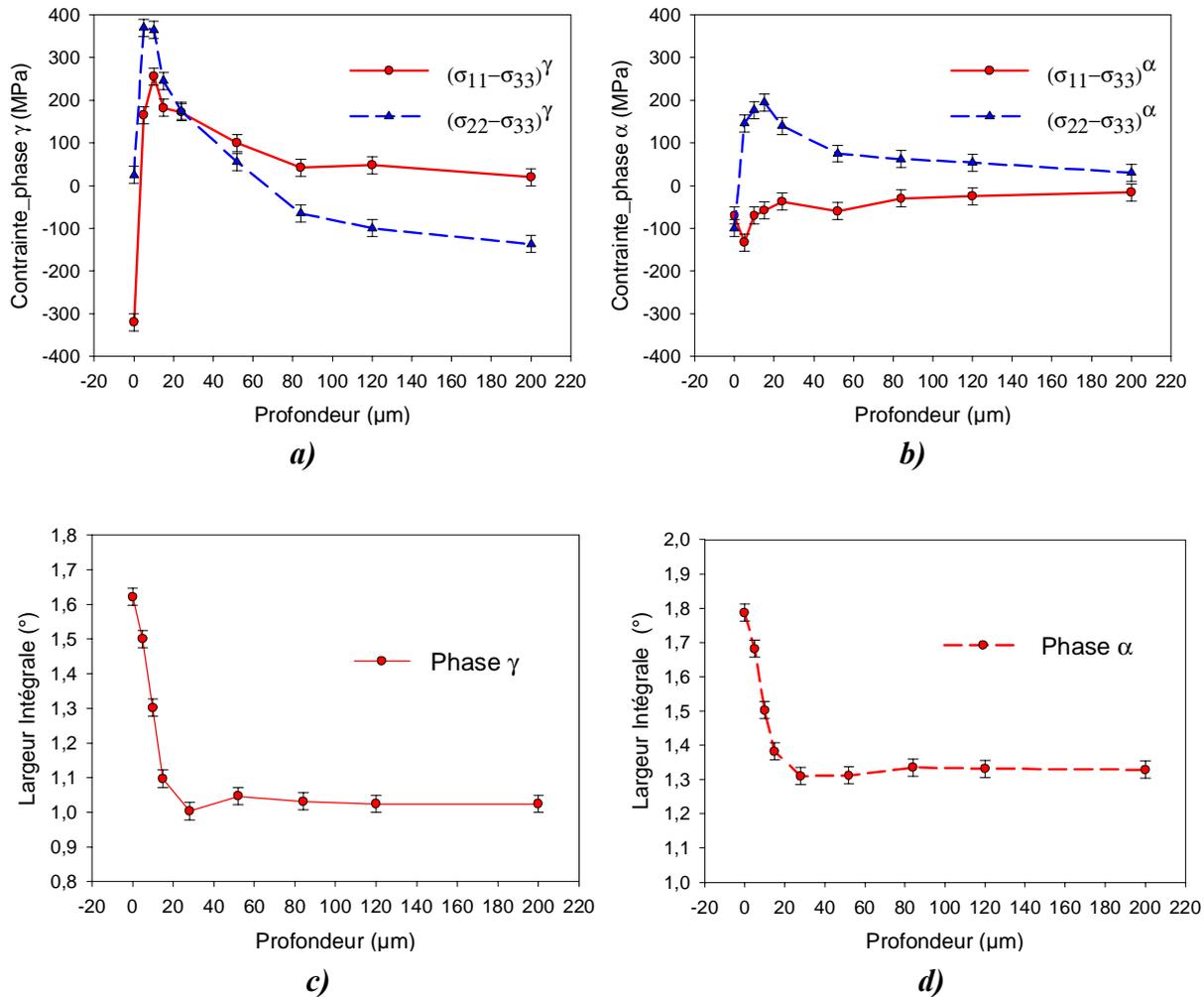
### **4.3.2. Gradients de contrainte et répartition des contraintes dans les phases**

Vu la forte absorption des rayons X par l'acier, la mesure par DRX s'effectue sur une dizaine de micromètres en profondeur. Il est donc nécessaire d'évaluer le gradient de contrainte et de la largeur intégrale, grandeur liée à l'écroissage, dans les couches superficielles. Ces gradients nous permettront de déterminer la profondeur à partir de laquelle la contrainte ainsi que les largeurs des raies de diffraction se stabilisent et pourraient correspondre à ceux du cœur du matériau. Sur une éprouvette de traction (Fig 4.4), un polissage mécanique doux est effectué afin de réduire les irrégularités introduites par l'usinage par électro-érosion à la surface des éprouvettes. Il est suivi de polissages électrolytiques successifs, en contrôlant la profondeur enlevée. Pour chaque incrément de polissage, les contraintes axiales et transversales sont déterminées (pour  $\phi = 0^\circ$  et  $\phi = 90^\circ$ ) (Fig 4.5). Les directions pour lesquelles les contraintes sont mesurées sont représentées sur les figures de pôles des plans  $\{211\}$  pour la ferrite et  $\{311\}$  pour l'austénite (Fig 4.2).



**Fig 4.2** Figures de pôles expérimentales de l'austénite et de la ferrite. L'intensité des pics de diffraction mesurée est proportionnelle à la densité des directions  $[hkl]$ , représentée par des lignes d'intensité. Les deux directions de mesures des distances inter-réticulaires  $d(\phi, \psi)$  sont représentées.





**Fig 4.5.** Profils de gradient de contraintes (a,b) et de largeurs intégrales (c,d) dans l'austénite et la ferrite de l'acier austéno-ferritique Acier UR45N.

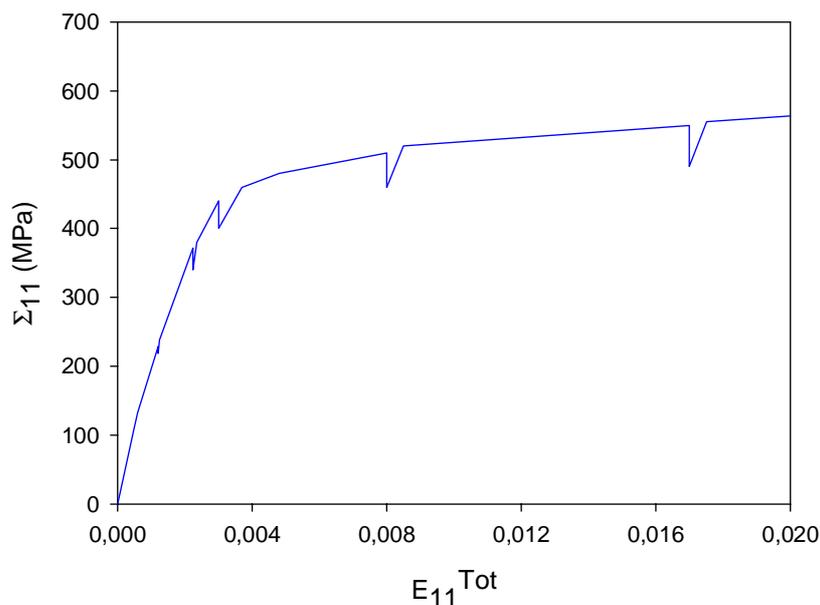
Un fort gradient de contrainte résiduelle est obtenu, que ce soit dans la ferrite ou dans l'austénite, selon les directions DT et DN (Figs 4.5.a.b). Ce gradient est confirmé par la distribution de largeurs intégrales (Figs 4.5.c.d). Les largeurs intégrales des deux phases demeurent constantes à partir d'un polissage électrolytique d'environ 50 $\mu\text{m}$  en profondeur, tandis que les contraintes résiduelles dans les phases se stabilisent à partir d'une profondeur un peu plus élevée (120 $\mu\text{m}$ ). Dans le but d'analyser l'effet du mode de préparation de la surface de l'échantillon sur la répartition des contraintes dans les phases du duplex étudié, trois essais « in situ », sous diffractomètres de rayons X, sous chargement de traction uniaxiale sont réalisés pour les trois modes de préparation suivants :

- Polissage mécanique doux avec du papier abrasif jusqu'au grade 4000 (une dizaine de  $\mu\text{m}$ )

- Même polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique jusqu'à environ 50 $\mu\text{m}$  correspondant au niveau de profondeur du début de stabilisation des largeurs intégrales des deux phases
- Même polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique jusqu'à environ 200 $\mu\text{m}$ , profondeur pour laquelle les largeurs intégrales et les contraintes résiduelles sont largement stabilisées.

L'état initial des éprouvettes correspond dans les trois cas à un usinage par électroérosion à fil.

En raison de l'effet de la viscosité dans la gamme de déformation élastoplastique, la charge appliquée diminue lors d'un maintien de la déformation (Fig 4.6). Les raies de diffraction sont analysées environ 1h après chaque chargement des échantillons, c-à-d, après la stabilisation de la charge uniaxiale appliquée, mesurée par un capteur de force (Fig 3.4.b). Les contraintes dans les phases sont déterminées en utilisant les conditions expérimentales détaillées dans le chapitre 3 et les CER sont déterminées par le modèle auto-cohérent de Kröner détaillé dans le chapitre 1.



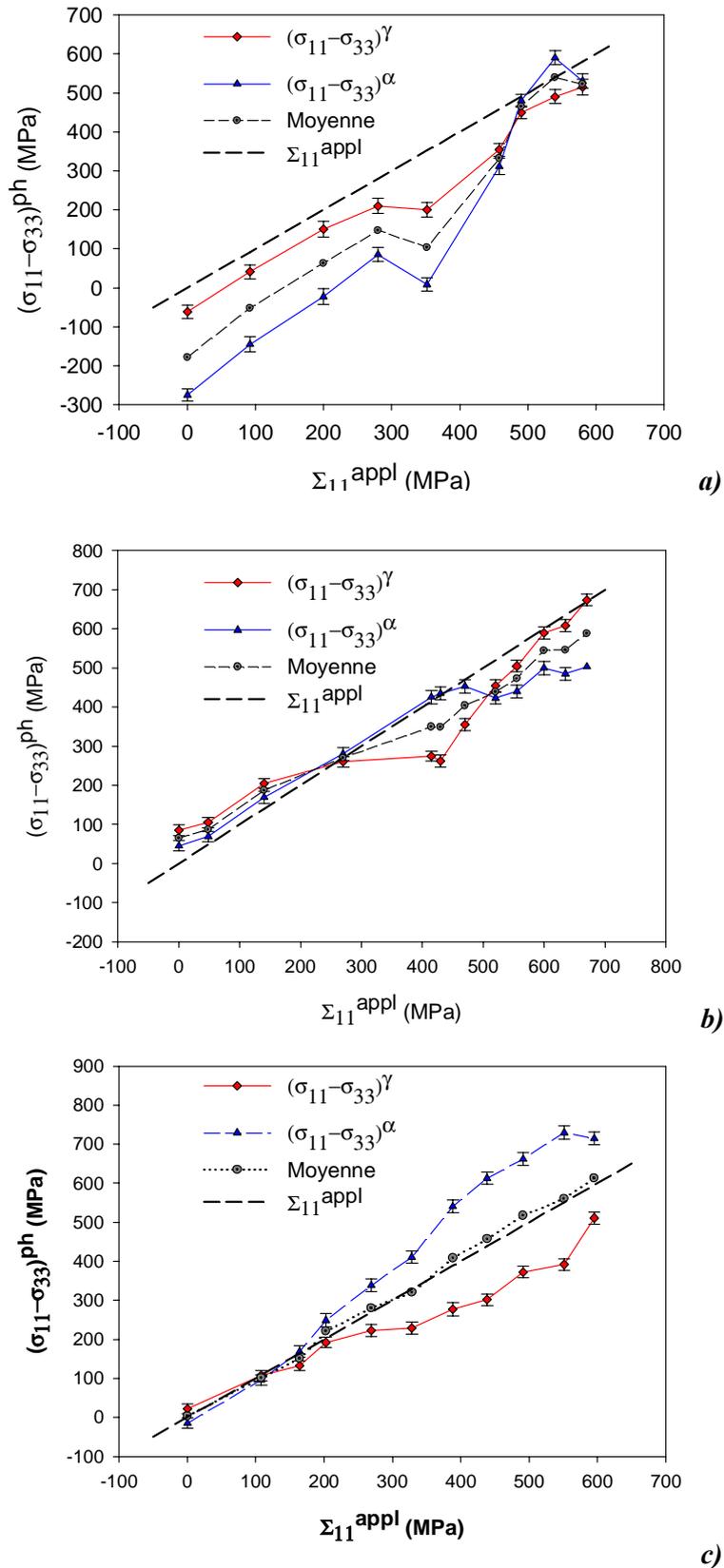
**Fig 4.6.** Courbe de comportement macroscopique et effet de la viscosité

La répartition des contraintes dans les phases en fonction de la contrainte macroscopique appliquée pour les trois différents modes de préparation de surfaces est représentée dans la figure 4.7. La bissectrice, correspondant au chargement macroscopique appliqué, ainsi que l'évolution de la moyenne arithmétique des contraintes obtenues dans les deux phases, sont représentées également sur les mêmes figures. En raison des fractions volumiques égales de l'austénite et de la ferrite, la moyenne arithmétique de leurs contraintes, déterminées par DRX, peut être comparée à la contrainte macroscopique appliquée. Les barres d'erreur représentées sur les

graphes correspondent à l'incertitude sur la détermination expérimentale de la position de l'angle  $2\theta$ .

Si l'on analyse le comportement individuel des phases sur la figure 4.7.a, on constate que la contrainte dans l'austénite est généralement supérieure à celle dans la ferrite. Cependant, la moyenne arithmétique des contraintes des phases est bien inférieure à celle appliquée. En raison de la présence des contraintes résiduelles de compression, un grand écart des contraintes entre les deux phases est présent jusqu'à un chargement macroscopique de 400 MPa. Au delà de cette charge, les contraintes dans les phases s'égalisent. Inversement, pour un polissage électrolytique jusqu'à 50  $\mu\text{m}$ , un faible écart des contraintes est obtenu au début du chargement (Fig 4.7.b). Leur moyenne arithmétique est également éloignée de la contrainte macroscopique appliquée. On peut noter que les contraintes dans les phases sont globalement inférieures aux contraintes macroscopiques appliquées pour ces deux modes de préparation de surface. Le passage respectif à la plasticité de chacune des phases, pour les modes de préparation de surface précédents, est difficile à identifier. La couche superficielle étudiée était déjà initialement plastifiée.

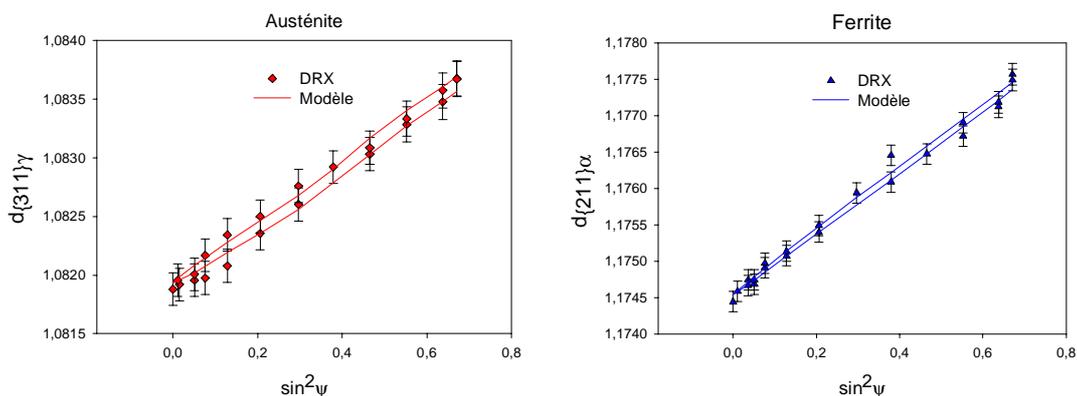
C'est pour un polissage électrolytique de 200 $\mu\text{m}$  en profondeur que la moyenne arithmétique des contraintes dans les phases correspond bien aux contraintes macroscopiques appliquées (Fig 4.7.c). Les contraintes résiduelles initiales dans la direction de chargement (DT) sont quasiment nulles. Durant le chargement élastoplastique, les contraintes dans la ferrite sont globalement supérieures à celles dans l'austénite. Au début du chargement (jusqu'à  $\Sigma_{11} \approx 220\text{MPa}$ ), la ferrite et l'austénite subissent une déformation élastique linéaire. Les contraintes moyennes dans les deux phases sont semblables sur cette gamme de chargement à cause de leurs constantes d'élasticité similaires (Tableau 4.1). La légère différence est due d'une part à l'anisotropie élastique des cristallites et d'autre part à la présence de contraintes résiduelles initiales qui ne sont pas encore relaxées. Une déviation de la linéarité de l'évolution des contraintes dans la phase austénitique marque son entrée dans le domaine plastique à partir d'un chargement  $\Sigma_{11}$  d'environ 220 MPa. Après ce point caractéristique de la limite d'élasticité de l'austénite, cette dernière se déforme plastiquement tandis que la ferrite reste dans le domaine élastique. Une différence de contraintes apparaît alors entre les deux phases et continue à s'accroître jusqu'à un chargement macroscopique pour lequel la ferrite atteint le domaine de plasticité ( $\Sigma_{11} \approx 450\text{MPa}$ ). A partir de ce point caractéristique, la différence entre les contraintes commence à diminuer avec l'augmentation de la contrainte macroscopique appliquée, ( $\Sigma_{11}$ ). Par conséquent et quand la gamme de déformation plastique est atteinte ( $\Sigma_{11} \approx 450\text{MPa}$ ), l'austénite est la phase qui encaisse la majorité de la charge appliquée, indiquant qu'elle est la phase la plus écrouissable.



**Fig 4.7.** Répartition des contraintes dans l'austénite et la ferrite mesurées lors d'un chargement de traction uniaxiale « in situ » sous diffractomètre DRX. La surface étudiée est préparée par  
 (a) un polissage mécanique doux avec un papier 4000  
 (b) Un polissage électrolytique jusqu'à 50 $\mu$ m  
 (c) Un polissage électrolytique jusqu'à 200 $\mu$ m. Moyenne représente la moyenne arithmétique des contraintes dans les deux phases.

Il est donc nécessaire d'effectuer un polissage électrolytique suffisamment profond pour avoir la possibilité de déterminer le comportement des phases à cœur, par DRX, et qui vérifient le chargement macroscopique appliqué en traduisant au mieux le comportement macroscopique du duplex austéno-ferritique. En s'intéressant à l'analyse du comportement mécanique des phases dans le matériau, on a choisi d'effectuer, pour la suite du travail, un polissage électrolytique systématique qui dépasse les 150 $\mu\text{m}$  en profondeur pour les mesures à cœur par DRX. Une autre étape sera de confronter les résultats expérimentaux de la Fig 4.7.c, à un modèle de la déformation élastoplastique de type auto-cohérent, afin de valider la méthodologie optée et de mieux interpréter les résultats de DRX.

Les courbes des  $\sin^2 \psi$  montrent que l'évolution de la déformation élastique en fonction de  $\sin^2 \psi$  est quasiment linéaire que ce soit pour l'austénite ou pour la ferrite sous chargement de traction (dans le cas d'une préparation de la surface par électropolissage profond). Un exemple de courbes des  $\sin^2 \psi$  est donné à la Fig 4.8. En fait, les raies de diffraction  $\{311\}$  et  $\{211\}$  ont des coefficients de multiplicité élevés et font partie des plans qui présentent le moins d'anisotropie. L'évolution quasiment linéaire des courbes des  $\sin^2 \psi$  montre que les contraintes obtenues sont représentatives des contraintes dans chacune des phases. En outre, on a montré également que dans la figure 4.7.c, la moyenne arithmétique des contraintes dans les deux phases coïncide avec la contrainte macroscopique appliquée et que l'utilisation des tenseurs de rigidité des phases ( $C^\gamma$  et  $C^\alpha$ ) à la place du tenseur de rigidité du matériau  $C^M$  ne modifie quasiment pas les niveaux de contraintes obtenus, en utilisant les raies de diffraction  $\{311\}$  et  $\{211\}$ . Ceci confirme que les deux raies utilisées ne sont pas sensibles aux contraintes d'incompatibilité de second ordre créées lors de la déformation élastoplastique et que la méthode d'interprétation des résultats expérimentaux présentée dans le paragraphe 1.6.3.3 est valable pour ces deux raies analysées et permet d'obtenir une bonne estimation des contraintes dans les phases.



**Fig 4.8.** Formes des courbes des  $\sin^2 \Psi$  de l'austénite et de la ferrite sous un chargement de traction uniaxiale dans la direction DT ( $\Sigma_{appl} = 490 \text{ MPa}$ ). Les déformations élastiques sont mesurées pour les angles  $\psi$  positifs et négatifs

La linéarité des courbes des  $\sin^2 \psi$ , dans la gamme de déformation plastique, ne prouve pas que les contraintes d'incompatibilité plastiques sont nulles mais qu'elles peuvent être négligeables par rapport au niveaux de contraintes macroscopiques atteints dans les deux phases dans cette gamme de déformation.

Dans des travaux récents ([Jia,06]), des courbes des  $\sin^2 \psi$  ont été déterminées pour un acier austéno-ferritique lors d'un chargement de compression « *in situ* » sous diffractomètre de neutrons pour plusieurs familles de plans de diffraction. Dans ces travaux, de grandes oscillations des courbes des  $\sin^2 \psi$  ont été observées pour la raie de diffraction {200} pour l'austénite et la ferrite tandis que les courbes obtenues en utilisant les raies {311} et {211} pour l'austénite et la ferrite respectivement étaient quasiment linéaires, également. Des résultats d'estimation quantitative des contraintes d'incompatibilité plastique de second ordre obtenus lors de la détermination des contraintes résiduelles sur des éprouvettes de traction et de compression après la décharge finale ( $\Sigma \rightarrow 0$ ) de l'acier UR45N, étudié dans ce travail, (cf. [Wro,06]) montrent que parmi toutes les raies de diffraction analysées, les raies {211} de la ferrite et {311} de l'austénite présentent le moins d'oscillations dans les courbes de  $\sin^2 \psi$  comparées aux autres raies. Ces résultats indiquent par ailleurs que les contraintes d'incompatibilité plastiques de second ordre ne sont pas toujours négligeables dans l'acier ([S.Wroński], thèse en cours au sein du LIM).

#### 4.3.3. Analyse des résultats par le modèle auto-cohérent

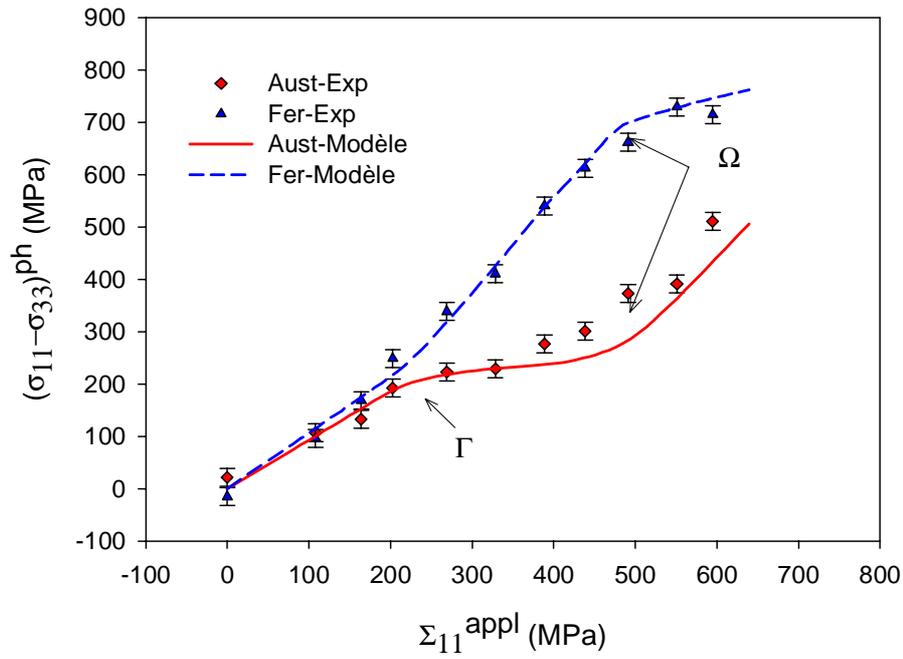
Le modèle auto-cohérent de la déformation élastoplastique (cf. paragraphe 1.3 et 4.2.2.) est utilisé, afin d'analyser les résultats expérimentaux en déterminant les cisssions critiques initiales et les paramètres d'écrouissage de chacune des phases, pour un chargement de traction uniaxiale. Les données utilisées sont celles obtenues dans le cas de la préparation de surface par un polissage électrolytique profond jusqu'à 200 $\mu\text{m}$  (Fig 4.7.c). Les contraintes initiales dans les grains sont supposées nulles dans les premiers calculs. Dans le cas de la DRX, le problème de la relaxation des contraintes normales à la surface de mesure doit être pris en considération. Ces contraintes dans les phases ( $\sigma_{33}^{\text{ph}}$ ) sont donc supposées non nulles dans les calculs. Les quatre paramètres à déterminer sont les cisssions critiques des deux phases ( $\tau_c^\circ(\gamma)$  et  $\tau_c^\circ(\alpha)$ ) et les paramètres d'écrouissage ( $H(\gamma)$  et  $H(\alpha)$ ).

A chaque niveau de chargement mécanique on observe une relaxation des contraintes macroscopiques appliquées (Fig 4.9.b). Quand on reprend l'essai de traction, avec la même vitesse, la macrocontrainte revient approximativement à la même valeur avant relaxation. L'évolution des contraintes, décrivant l'état du matériau après stabilisation, correspond aux conditions qui se produisent lors des mesures par diffraction et elle peut être comparée à l'évolution de  $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}$  prédite par le modèle auto-cohérent dans le cas d'une déformation élastoplastique, sans tenir compte des effets de la viscosité. Ainsi, les résultats de prédiction du modèle sont comparés au comportement de l'échantillon après la stabilisation des

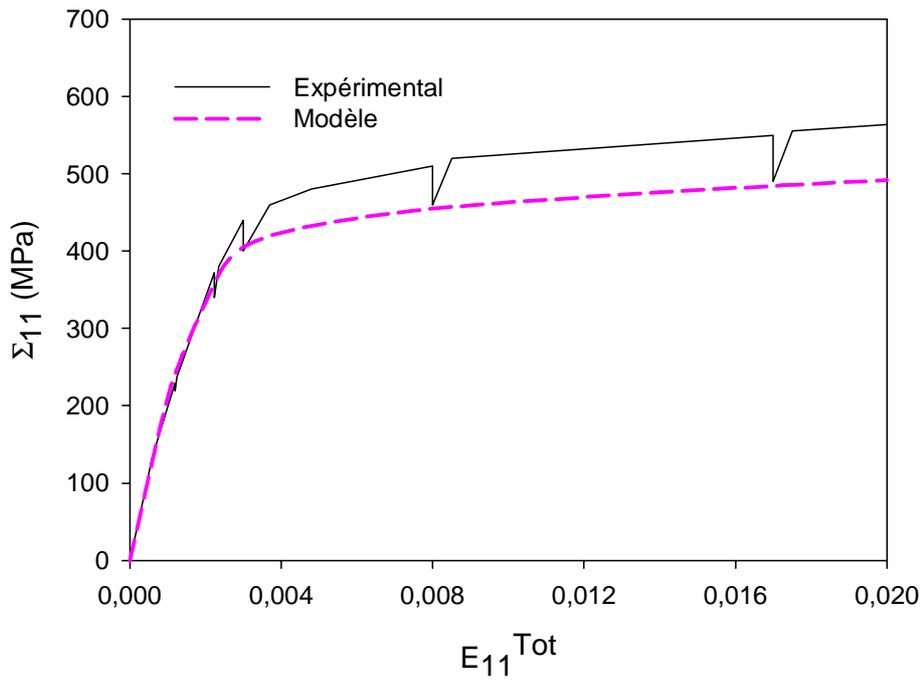
contraintes macroscopiques et permettant de déterminer les paramètres d'écrouissage des deux phases ( $H(\gamma)$  et  $H(\alpha)$ ) (Fig 4.9.b).

Dans la gamme de déformation élastique (en dessous du point  $\Gamma$ ), les courbes théoriques sont confrontées avec succès aux points expérimentaux (Fig 4.9.a). Ce résultat indique que des constantes élastiques appropriées ont été utilisées que ce soit dans la modélisation ou dans le calcul des CER. Pour adapter les résultats des calculs aux données expérimentales dans le domaine de déformation élastoplastique (à partir du point  $\Gamma$ ), les valeurs des cissions critiques sont déterminées pour les deux phases afin d'obtenir le meilleur accord entre le modèle et les deux points caractéristiques marquant la déviation de la linéarité des évolutions des contraintes dans les deux phases. Le premier point caractéristique ( $\Gamma$ ), correspondant à la limite d'élasticité de la phase  $\gamma$ , permet de déterminer la valeur de la cission critique initiale  $\tau_c^o(\gamma)$  de l'austénite, tandis que le deuxième point ( $\Omega$ ) permet de déterminer celle de la ferrite ( $\tau_c^o(\alpha)$ ) (Fig 4.9.a). Ensuite, à partir d'un chargement macroscopique d'environ 450MPa, le rapport  $H(\alpha)/H(\gamma)$  des paramètres d'écrouissage des phases est optimisé jusqu'à l'obtention d'un meilleur accord entre les contraintes dans les phases déterminées par DRX et celles modélisées. (Il a été montré dans ([Bac,04a]) que le rapport  $H(\alpha)/H(\gamma)$  influence les valeurs des contraintes dans les phases seulement dans la gamme de déformation pour laquelle les deux limites d'élasticité des deux phases sont atteintes). Finalement, et une fois la valeur de  $H(\alpha)/H(\gamma)$  est obtenue, les valeurs de  $H(\alpha)$  et  $H(\gamma)$  sont déterminées en optimisant cette fois la pente de la courbe macroscopique contrainte / déformation ( $\Sigma_{11}$  en fonction  $E_{11}$ ) modélisée, par rapport à celle mesurée.

Le modèle est confronté avec succès aux résultats expérimentaux de DRX (Fig 4.9). Les cissions critiques et les paramètres d'écrouissage relatifs à chaque phase sont identifiés et récapitulés dans le tableau 4.2. Les limites d'élasticité à 0,2% de déformation élastique de chaque phase ( $\sigma_{0.2\%}^{el}(ph)$ ), identifiées par le modèle élastoplastique, sont reportées également dans le tableau 4.2. La cission critique initiale de la ferrite obtenue en supposant une seule famille de systèmes de glissement actifs ( $\langle 111 \rangle \{110\}$ ) est proche de la valeur obtenue pour deux familles de plans de glissement. Dans la suite du travail, on continuera à supposer dans les calculs que deux familles de systèmes de glissement sont actifs pour la ferrite ( $\langle 111 \rangle \{110\}$  et  $\langle 111 \rangle \{211\}$ ).



a)



b)

**Fig 4.9.** Les résultats de l'essai de traction "in situ" (chargement le long de DT) sont comparés aux prédictions du modèle, en supposant que  $\sigma_{33}^{ph} \neq 0$ . Les évolutions des contraintes moyennes des phases mesurées par diffraction de rayons X (a) et des contraintes macroscopiques  $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}^{Tot}$  (b) sont présentées. Des contraintes résiduelles initiales nulles sont supposées dans les calculs.

Phases	Systèmes de glissement	$\tau_c^0$ (MPa)	H (MPa)	$\sigma_{0.2\%}^{el}$ (MPa)
Austénite	$\langle 110 \rangle \{111\}$	85	260	280
Ferrite	$\langle 111 \rangle \{110\}$	230	10	580
Ferrite	$\langle 111 \rangle \{110\}$ et $\langle 111 \rangle \{211\}$	250	20	585

**Tableau 4.2** Paramètres de plasticité identifiés par le modèle élastoplastique (Chargement appliquée selon DT)

Sur cette même coulée d'acier duplex UR45N, des analyses par diffraction des neutrons ont été réalisées et comparées au modèle auto-cohérent utilisé dans ce travail ([Bac,04a]) (Fig 2.8 et Tableau 4.3). Les déformations élastiques  $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}^{ph}$ , obtenues à partir de ces essais sont mesurées dans la direction de chargement appliquée et à l'intérieur du matériau (voir Fig 1.8.b). Les valeurs des cissions critiques identifiées par le modèle auto-cohérent de la déformation élastoplastique pour ces essais de traction uniaxiale « *in situ* » sous diffraction des neutrons ( $\tau_c^0(\gamma)=75$  MPa et  $\tau_c^0(\alpha)=245$  MPa) sont très proches des résultats que nous trouvons par DRX ( $\tau_c^0(\gamma)=85$  MPa et  $\tau_c^0(\alpha)=250$  MPa). Cependant, il y a une large différence entre les paramètres d'écrouissage obtenus par les deux différentes techniques de diffraction (Tableau 4.3). Dans la suite nous essayerons d'analyser l'origine de cette différence.

Dans les mesures par DRX, le problème lié à la méconnaissance du paramètre de maille ( $a_0$ ) des phases et la relaxation des contraintes dans la couche irradiée a été pris en considération en supposant dans les calculs que  $\sigma_{33}^{ph} \neq 0$ , c-à-d que l'on suppose que ces contraintes ne sont pas relaxées et elles ont les mêmes valeurs que celles dans les grains à l'intérieur de l'échantillon. Afin de comparer les résultats obtenus par DRX avec ceux obtenus par diffraction des neutrons, il est nécessaire de se mettre dans les mêmes conditions expérimentales adoptées dans [Bac,04a]. On supposera donc que la contrainte  $\sigma_{33}^{ph}$  relaxe complètement dans la couche superficielle ( $\sigma_{33}^{ph}=0$ ) et les contraintes dans les phases déterminées par DRX seront comparées directement aux valeurs de  $\sigma_{11}^{\gamma}$  et  $\sigma_{11}^{\alpha}$  identifiées par le modèle auto-cohérent. Les mêmes conditions de calcul, utilisées pour obtenir les résultats des neutrons ([Bac,04a]), ont été appliquées (c.-à-d. que des contraintes résiduelles initiales nulles ont été attribuées aux grains représentant les deux phases) (Fig 4.10).

Dans la gamme de déformation pour laquelle les deux phases sont déformées plastiquement (à partir du point  $\Omega$ ), la courbe théorique macroscopique varie pour différents rapports de paramètres d'écrouissage  $H(\alpha)/H(\gamma)$  en fixant une valeur constante de  $H(\alpha)+H(\gamma)$ . Cependant, quand le rapport  $H(\alpha)/H(\gamma)$  est constant la courbe reste inchangée pour différentes

valeurs de  $H(\alpha)+H(\gamma)$  ([Bac,04a]). Ce résultat est utilisé dans l'identification des paramètres de l'érouissage pour les hypothèses ci-dessus. Les paramètres de plasticité déterminés avec cette hypothèse (en considérant une relaxation des efforts normaux à la surface d'étude dans les deux phases, c.-à-d.,  $\sigma_{33}^{ph}=0$ ) sont comparés à ceux obtenus en utilisant la diffraction des neutrons ([Bac,04a]). De très bons accords sont obtenus, entre les deux techniques de diffraction, que ce soit en terme de cissions critiques ou de paramètres d'érouissage (Tableau 4.3). Comme dans le cas de la diffraction des neutrons, la déformation élastique est mesurée dans la direction du chargement appliqué, cette valeur peut être affectée par la variation des contraintes hydrostatique et déviatorique<sup>1</sup>. Cependant, seule la variation de la partie déviatorique des contraintes peut être déterminée par la méthode de DRX.

Le meilleur accord entre les résultats des deux techniques a été obtenu quand les résultats du modèle sont comparés aux données de DRX en supposant que  $\sigma_{33}^{ph}=0$ . Ce très bon accord entre les résultats de diffraction des neutrons et de rayons X indique que les effets observés dans les deux expériences sont dus essentiellement à l'évolution des contraintes déviatoriques qui sont responsables de la déformation plastique.

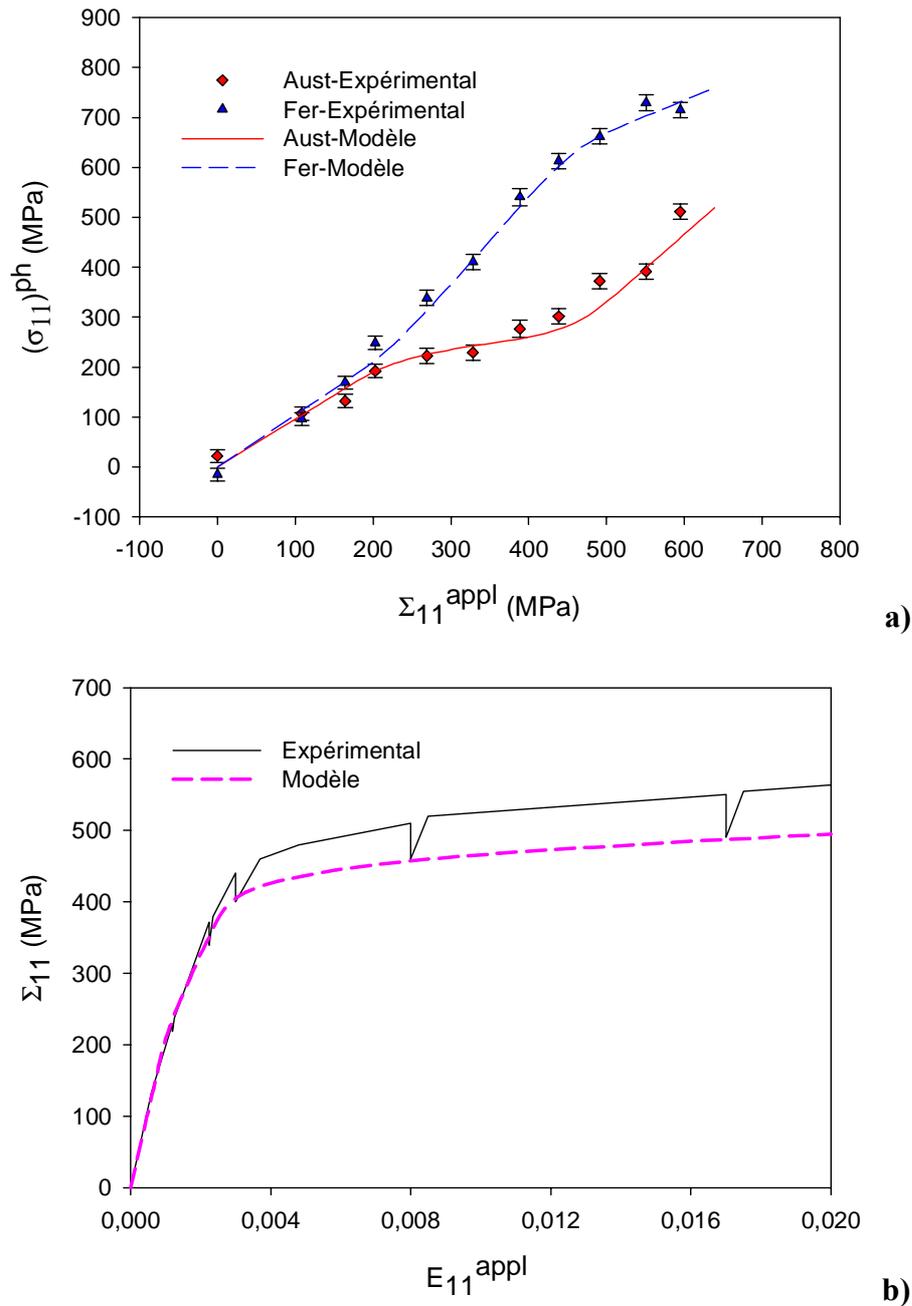
	Diffraction des neutrons ([Bac,04a])	Diffraction des rayons X	
		En supposant $\sigma_{33}^{ph} \neq 0$	En supposant $\sigma_{33}^{ph} = 0$
$\tau_c^\circ(\gamma)$ (MPa)	75	85	85
$\tau_c^\circ(\alpha)$ (MPa)	245	250	255
$H(\gamma)$ (MPa)	<b>190</b>	260	<b>200</b>
$H(\alpha)$ (MPa)	<b>80</b>	20	<b>80</b>

**Tableau 4.3.** Paramètres de la déformation plastique de l'acier UR45N identifiés par le modèle élastoplastique pour un chargement appliqué selon la direction (DT) et en supposant des contraintes résiduelles initiales nulles

<sup>1</sup> Les contraintes principales dans une phase peuvent être décomposées en une partie hydrostatique et une partie déviatorique :

$$\sigma_{ij}^{ph} = \begin{bmatrix} \sigma^{ph,h} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma^{ph,h} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma^{ph,h} \end{bmatrix} + \begin{bmatrix} \sigma_{11}^{ph,d} & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{22}^{ph,d} & 0 \\ 0 & 0 & \sigma_{33}^{ph,d} \end{bmatrix}$$

Où :  $\sigma^{ph,h} = \frac{1}{3}(\sigma_{11}^{ph} + \sigma_{22}^{ph} + \sigma_{33}^{ph})$  et  $\sigma_{ij}^{ph,d} = \sigma_{ij}^{ph} - \sigma^{ph,h}$



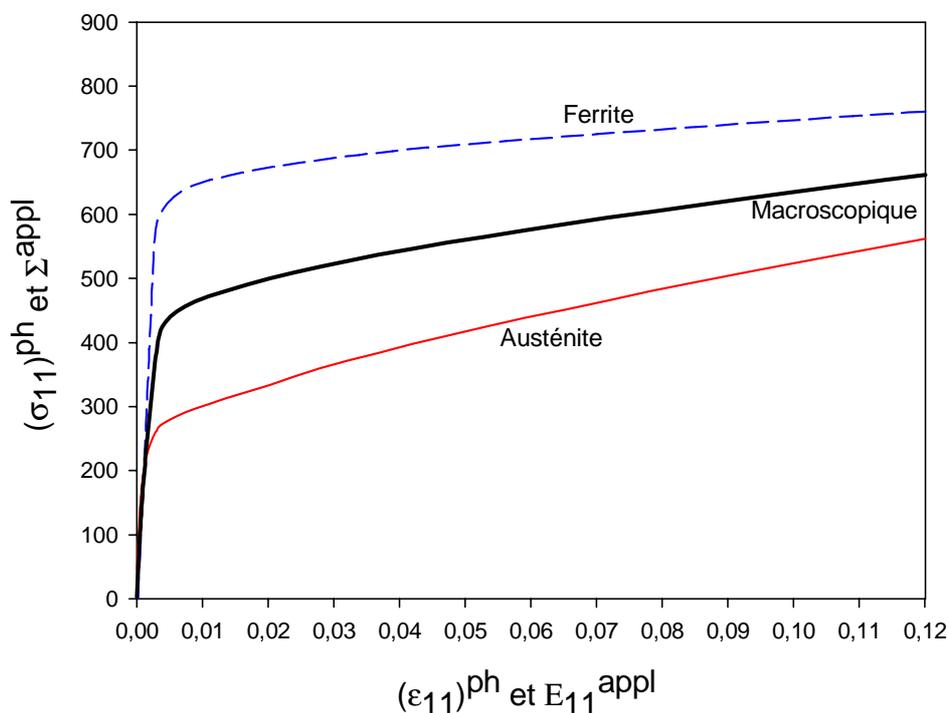
**Fig 4.10.** Les résultats de l'essai de traction "in situ" (chargement le long de DT) sont comparés aux résultats du modèle pour l'acier UR45N, en supposant que  $\sigma_{33}^{ph}=0$ . L'évolution des contraintes dans les phases déterminées par DRX (a) et des courbes macroscopiques mécaniques  $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}$  (a) sont présentées. Les contraintes résiduelles initiales sont supposées nulles dans les calculs.

Des résultats obtenus par Belassel [Bel,94] sur un acier biphasé perlitique montrent que l'hypothèse  $\sigma_{33}^{ph}=0$  est correcte pour des matériaux biphasés dont les caractéristiques d'élasticité des phases sont voisines et dont l'espacement entre phases est supérieur à la profondeur analysée par la diffraction. Sachant que la profondeur de pénétration est de l'ordre de  $10\mu\text{m}$  et que la distance entre les îlots d'austénite est typiquement dans l'intervalle  $10\text{-}50\mu\text{m}$  et d'après le

tableau 4.3, on peut conclure que les composantes  $\sigma_{33}^{ph}$  des contraintes dans les phases du duplex étudié auraient relaxé partiellement, voire complètement, pour les échantillons électro-polis étudiés par DRX. L'hypothèse de la relaxation des contraintes  $\sigma_{33}^{ph}$  dans la couche superficielle est vérifiée. D'autres conclusions concernant la relaxation de ces contraintes peuvent être trouvées dans la suite de ce chapitre. D'autres résultats permettant de confirmer la reproductibilité des mesures de contraintes réalisées sont reportés dans l'annexe 4.

Une analyse des résultats expérimentaux, obtenus par DRX et par la diffraction des neutrons (cf. chapitre chapitre suivant), à l'aide des modèles théoriques les plus simples (Reuss-Sachs et Voigt-Taylor) est présentée et discutée dans l'annexe A5. Cette analyse a permis de justifier la nécessité de l'utilisation du modèle auto-cohérent dans ce travail pour l'identification des paramètres de plasticité de chacune des phases de l'acier étudié ainsi que l'évolution des déformations et contraintes lors du chargement de traction « *in situ* » sous diffraction.

Les courbes de traction, de chacune des phases, déterminées par le modèle élastoplastique en utilisant les paramètres de plasticité identifiés dans le tableau 4.3, montrent, clairement, que l'austénite s'écroute plus que la ferrite (Fig 4.11).



**Fig 4. 11.** Courbes de traction de chacune des phases dans l'acier duplex austéno-ferritique UR45N étudié, en utilisant les paramètres de plasticité du tableau 4.3 et en supposant que  $\sigma_{33}^{ph} = 0$ .

#### 4.3.4. Influence de la texture cristallographique et de la forme des inclusions sur le comportement des phases

L'influence de l'éclatement des inclusions ellipsoïdales sur la détermination des paramètres de plasticité de chaque phase est étudiée en comparant les résultats obtenus en utilisant les rapports  $a/c=0,1$  et  $b/c=0,2$  (cf. Fig 4.10-a) à ceux obtenus pour des inclusions sphériques (Tableau 4.4). L'influence de la texture cristallographique sur les résultats de l'analyse a été également considérée. Les calculs sont effectués dans ce cas en considérant que les grains ont des orientations aléatoires et les résultats obtenus sont comparés à ceux obtenus en tenant compte de la texture cristallographique déterminée par DRX (Tableau 4.4). On constate que la forme de l'inclusion et la présence de la texture cristallographique produisent de faibles différences dans les résultats finaux des propriétés plastiques des phases (cissions critiques initiales et paramètres d'écroutissage). On peut donc conclure que les paramètres de plasticité identifiés par le modèle auto-cohérent élastoplastique ne sont pas très sensibles à la forme des inclusions et à la différence de texture cristallographique entre les phases.

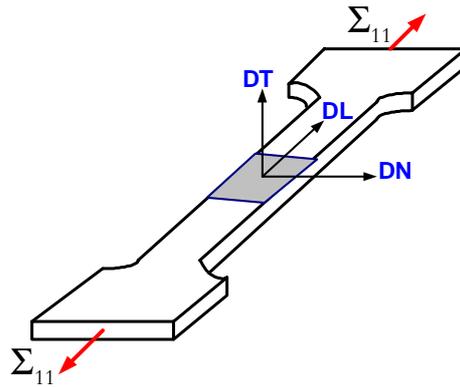
	Inclusions ellipsoïdales avec texture -Fig 4.3	Inclusions sphériques avec texture -Fig 4.3	Orientations aléatoires et inclusions ellipsoïdales
$\tau_c^\circ(\gamma)$ (MPa)	85	75	80
$\tau_c^\circ(\alpha)$ (MPa)	255	260	255
$H(\gamma)$ (MPa)	200	200	200
$H(\alpha)$ (MPa)	80	80	80

**Tableau 4.4.** Paramètres de la déformation plastique de l'acier UR45N déterminés pour différents forme d'inclusions et de texture (contraintes résiduelles initiales nulles et  $\sigma_{33}^{ph}=0$ ).

#### 4.3.5. Influence de l'anisotropie sur le comportement mécanique des phases

Afin d'observer l'effet de l'anisotropie (texture) sur le comportement mécanique des phases du duplex étudié, un autre essai de traction « *in situ* » est effectué pour cette nuance d'acier avec un chargement dans la direction de laminage (Fig 4.12). La même méthodologie d'interprétation des résultats expérimentaux et théoriques que précédemment est menée pour ce test. Les résultats de la figure 4.13 et du tableau 4.5 montrent qu'aucune différence significative n'est observée par rapport au cas de chargement dans la direction transverse. La phase austénitique est toujours la phase la moins dure et plastifie en premier pour une contrainte macroscopique appliquée avoisinant les 200 MPa. Tandis que la phase ferritique est la plus dure et se plastifie pour une contrainte macroscopique de l'ordre de 450 MPa. Les paramètres de plasticité identifiés par le modèle élastoplastique sont donnés dans le tableau 4.5. Aucune

différence notable n'a été observée entre les courbes de traction selon les deux différentes directions de prélèvement du même acier étudié (cf. Fig 4.10.b et 4.13.b).

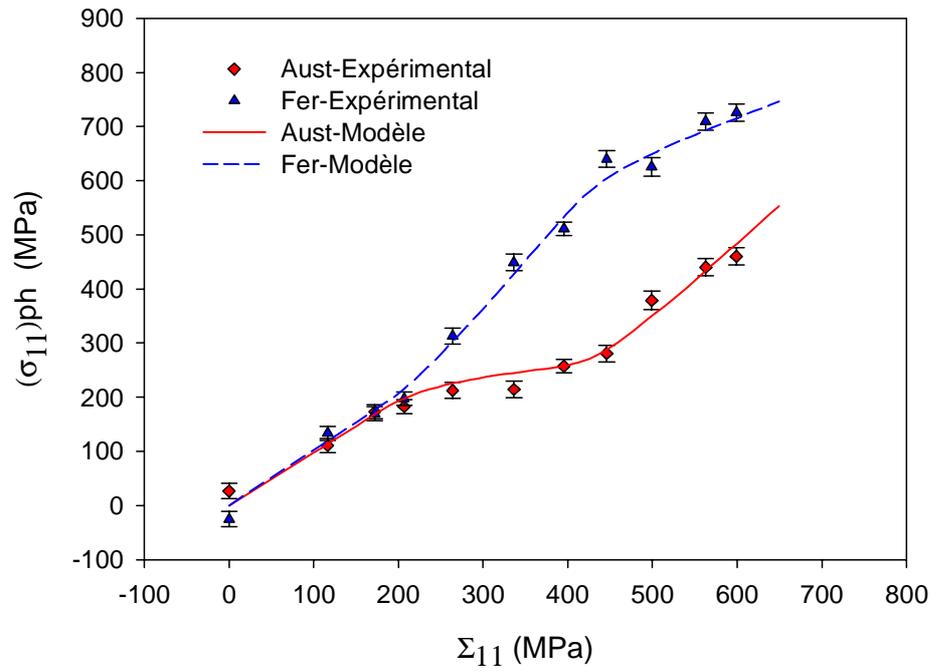


**Fig 4.12.** *Eprouvette DRX avec la zone étudiée grisée pour un chargement selon la direction de laminage (DL).*

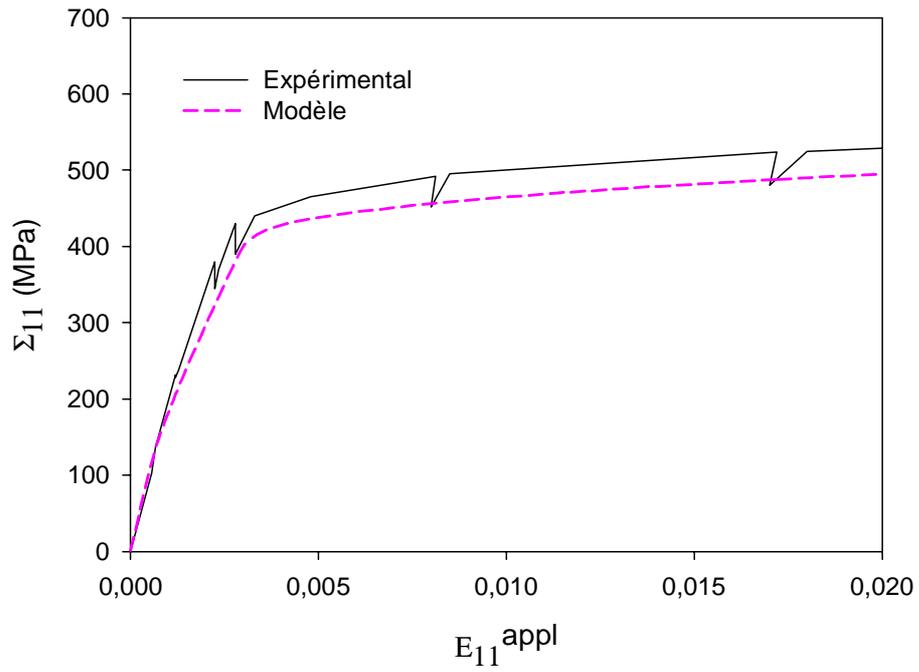
Contraintes résiduelles initiales nulles			
Phases	$\tau_c$ (MPa)	H (MPa)	$\sigma_{0,2\%}^{el}$ (MPa)
Austénite	80	200 (260*)	260
Ferrite	265	80 (20*)	580

*\*Valeurs des paramètres d'érouissage H obtenues en supposant que  $\sigma_{33}^{ph} \neq 0$ .*

**Tableau 4.5** *Paramètres de la déformation plastique de l'acier UR45N identifiés par le modèle élastoplastique pour un chargement appliqué selon la direction de laminage (DL).*



a)



b)

**Fig 4.13:** Les résultats de l'essai de traction "in situ" (chargement le long de DL) sont comparés aux résultats du modèle pour l'acier UR45N, en supposant que  $\sigma_{33}^{ph}=0$ . L'évolution des contraintes dans les phases déterminées par DRX (a) et courbes macroscopiques mécaniques  $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}$  (a) sont présentées. Les contraintes résiduelles initiales sont supposées nulles dans les calculs.

### 4.3.6. Influence des contraintes résiduelles initiales sur les propriétés mécaniques des phases

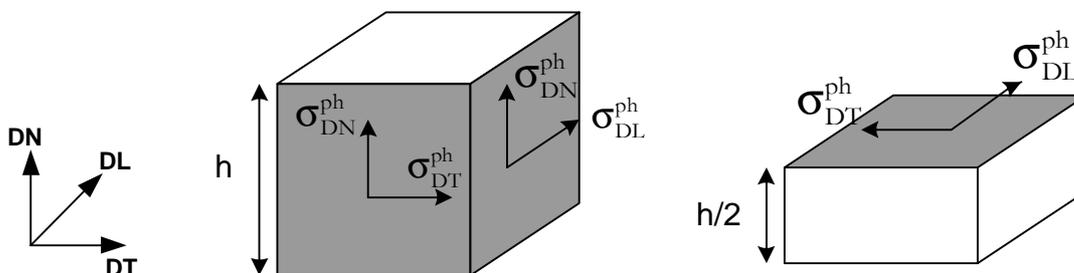
Les contraintes résiduelles initiales déterminées sur les éprouvettes de traction selon la direction transverse ( $\sigma_{DT}^{ph}$ ) ou selon la direction de laminage ( $\sigma_{DL}^{ph}$ ) étaient relativement faibles (Fig 4.4 et 4.12). Cependant des contraintes résiduelles initiales élevées ont été obtenues lors des mesures selon la direction perpendiculaire à la direction de chargement (particulièrement pour l'austénite) (Tableau 4.6). Afin d'analyser l'effet de tels niveaux de contraintes sur le comportement mécanique des phases, il est nécessaire d'introduire ces contraintes dans les calculs afin d'identifier les paramètres de plasticité de chacune des phases. Ces contraintes seront superposées aux contraintes appliquées lors du chargement en traction.

	Phase	$(\sigma_{11}^{ph} - \sigma_{33}^{ph})$ (MPa)	$(\sigma_{22}^{ph} - \sigma_{33}^{ph})$ (MPa)
(DC*/DT)	austénite	22	-140
	Ferrite	-15	55
(DC*/DL)	austénite	27	-123
	Ferrite	-25	60

\*DC : Direction de chargement

**Tableau 4.6** Contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX pour les deux phases de l'acier UR45N déterminées pour les éprouvettes de traction électro-polies.

Des analyses par DRX sur trois faces orthogonales d'un cube (10x10x10mm) prélevé au centre de la tôle d'acier peuvent fournir une meilleure évaluation du niveau des contraintes résiduelles initiales (Fig 4.14). Les surfaces sont électro-polies en profondeur et les mesures des distances inter-réticulaires sont effectuées sur un diffractomètre 4 cercles de haute résolution de type Seifert afin d'obtenir une meilleure précision sur la détermination des positions des pics de diffraction. Les acquisitions sont réalisées, pour chaque phase séparément, pour la famille de plans {211} pour la ferrite et {311} pour l'austénite.



**Fig 4.14** Définition des sections de mesures des contraintes résiduelles initiales par DRX (DT/DN, DN/DT et DT/DL) et des directions pour lesquelles les contraintes sont déterminées dans les deux phases (ph).  $h=10\text{mm}$ .

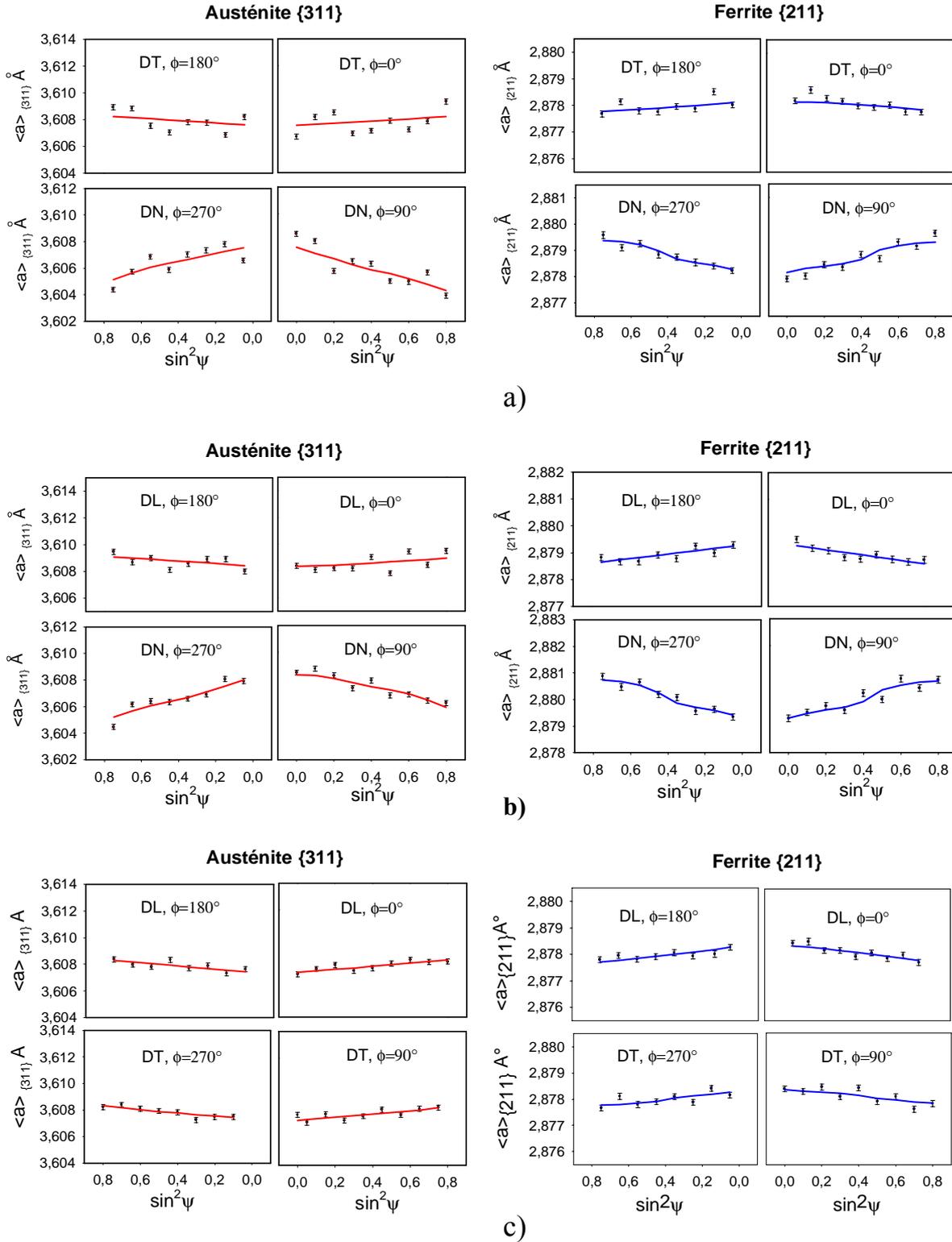
Les courbes des paramètres de maille  $\langle a(\phi, \psi) \rangle_{hkl}$  mesurés en fonction de  $\sin^2(\psi)$  sont représentées sur la Fig 4.15 et l'exploitation des expériences est effectuée en tenant compte dans, les calculs, des constantes élastiques anisotropes (Tableau 4.1) et en introduisant la texture cristallographique du matériau hypertrempé déterminée par DRX. On constate que les courbes théoriques et expérimentales sont quasiment linéaires. Une légère non linéarité est observée sur quelques courbes de  $\sin^2(\psi)$  due à l'anisotropie des constantes d'élasticité des cristaux et à la présence de la texture cristallographique prononcée dans l'acier duplex.

Les contraintes résiduelles initiales mesurées sur le cube montrent des valeurs élevées des contraintes dans la direction normale que ce soit dans l'austénite ou dans la ferrite (Tableau.4.7). L'incertitude sur la détermination des contraintes résiduelles initiales ne dépasse pas  $\pm 25$  MPa. Ces valeurs de contraintes mesurées sur le diffractomètre Seifert sont proches de celles obtenues à l'aide du diffractomètre Set X (voir tableau 4.6). Il importe de souligner que les valeurs de contraintes dans une direction, que l'on peut retrouver dans les autres sections, sont approximativement égales. (Par exemple,  $\sigma_{TD}^\gamma$  (Section DT/DN)  $\approx$   $\sigma_{TD}^\gamma$  (Section DL/DT)). Ceci implique que dans le volume irradié par les rayons X, la contrainte  $\sigma_{33}^{ph}$  relaxe dans les deux phases de l'acier austéno-ferritique étudié, et que les contraintes  $\sigma_{ii}^{ph}$  sont déterminées directement. En effet, si  $\sigma_{33}^{ph}$  n'a pas relaxé complètement, différentes valeurs de contraintes auraient été observées selon les autres sections. Par conséquent, on peut considérer que les contraintes  $\sigma_{11}^{ph}$  et  $\sigma_{22}^{ph}$  déterminées en utilisant la DRX correspondent aux composants du tenseur des contraintes du matériau dans la partie centrale de la tôle. Ce résultat confirme nos conclusions concernant la relaxation des contraintes normales aux surfaces irradiées par les rayons X (cf. paragraphe 4.3.3).

Afin d'analyser l'effet des contraintes résiduelles initiales sur le comportement mécanique des phases, leur influence sur les cisssions critiques  $\tau_c^o$  doit être établie. Les calculs sont modifiés en affectant à chaque grain d'austénite, dans les 5000 étudiés, le même tenseur de contrainte  $\sigma_{\text{grain}}^\gamma$ , correspondant aux contraintes résiduelles initiales mesurées dans la phase austénitique, et de même pour les 5000 grains de ferrite. Les tenseurs des contraintes initiales dans chaque grain, pour le chargement en traction selon les directions transverse et de laminage, sont donnés dans les équations 4.1 et 4.2 respectivement :

$$\sigma_{\text{grain}}^\gamma = \begin{pmatrix} \sigma_{DT}^\gamma & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{DN}^\gamma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \text{ et } \sigma_{\text{grain}}^\alpha = \begin{pmatrix} \sigma_{DT}^\alpha & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{DN}^\alpha & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (4.1)$$

$$\sigma_{\text{grain}}^\gamma = \begin{pmatrix} \sigma_{DL}^\gamma & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{DN}^\gamma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \text{ et } \sigma_{\text{grain}}^\alpha = \begin{pmatrix} \sigma_{DL}^\alpha & 0 & 0 \\ 0 & \sigma_{DN}^\alpha & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix} \quad (4.2)$$

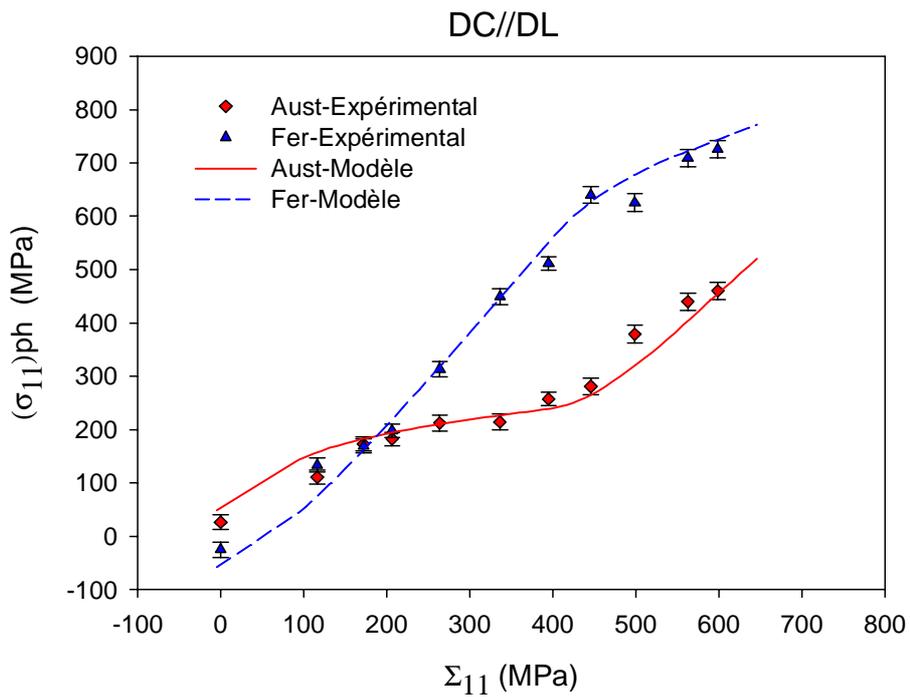
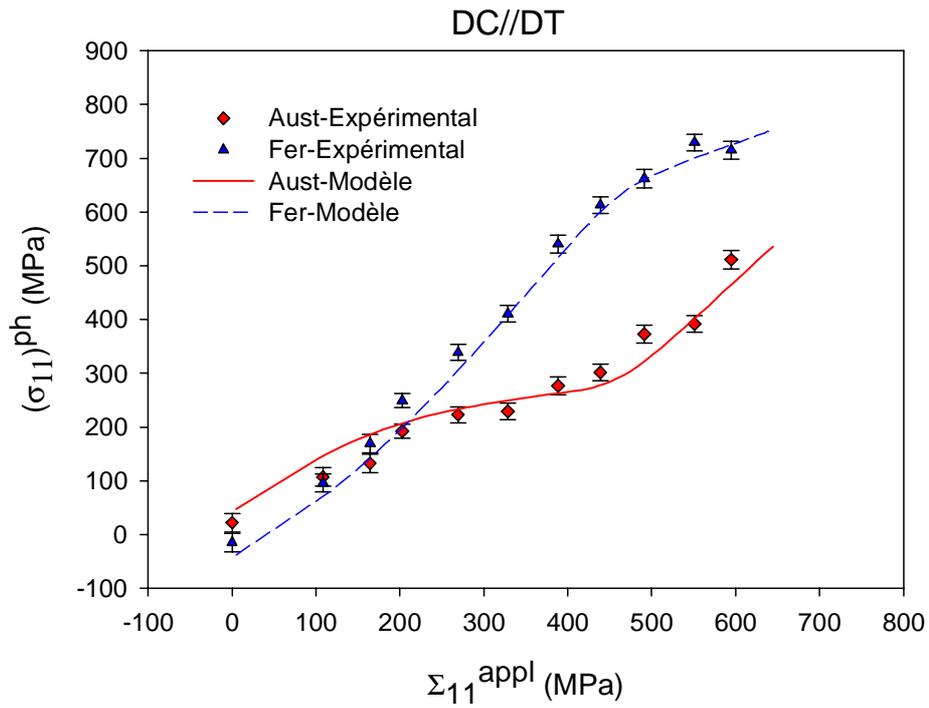


**Fig 4.15.** Paramètres de mailles déterminés pour les plans réticulaires  $\{311\}$  pour l'austénite et  $\{211\}$  pour la ferrite en utilisant les données expérimentales de DRX (points) et les résultats du modèle auto-cohérent (lignes). Les courbes des  $\sin^2 \psi$  expérimentales et théoriques sont représentées. Mesures effectuées sur le cube (Fig 4.14). a) surface DT/DN, b) surface DL/DN et c) surface DL/DT. Les surfaces sont définies dans Fig 4.14

		<b>Austénite</b>	<b>Ferrite</b>
<b>Section DT/DN</b>	$\sigma_{DT}^{ph}$ (MPa)	42	-35
	$\sigma_{DN}^{ph}$ (MPa)	-130	66
<b>Section DN/DL</b>	$\sigma_{DN}^{ph}$ (MPa)	-134	75
	$\sigma_{DL}^{ph}$ (MPa)	43	-56
<b>Section DL/DT</b>	$\sigma_{DL}^{ph}$ (MPa)	55	-52
	$\sigma_{DT}^{ph}$ (MPa)	53	-40

**Tableau 4.7** Contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX.  
Mesures effectuées sur un cube (Fig 4.14)

Les paramètres de la déformation élastoplastique sont déterminés en utilisant la même procédure que précédemment, mais dans ces calculs les contraintes résiduelles initiales mesurées par DRX sont introduites comme paramètres initiaux (Fig 4.16) (Tableau 4.8). Les limites d'élasticité microscopiques à une déformation élastoplastique de 0,2 % sont déterminées en considérant chaque phase comme un matériau monophasé. Dans ce cas les limites d'élasticité des phases sont déterminées à partir des courbes de traction microscopiques des phases (les contraintes dans les phases  $\sigma_{11}^{\gamma,\alpha}$  en fonction de la déformation élastoplastique dans les phases  $\epsilon_{11}^{\gamma,\alpha}$ ) et en appliquant dans les calculs les cisssions critiques identifiées dans le tableau 4.8 et des contraintes résiduelles initiales nulles dans chacune des phases. Ces paramètres de calcul permettront donc de déterminer les limites d'élasticité microscopiques de chaque phase comme si elle était un acier monophasé austénitique ou ferritique. En comparant les résultats du tableau 4.3 avec ceux du tableau 4.8, on peut constater que les valeurs de  $\tau_c^o$  (ph) déterminées ont varié d'une manière significative quand les contraintes résiduelles initiales ont été prises en compte dans les calculs. Au contraire, aucune différence significative n'a été observée en ce qui concerne les paramètres d'écrouissage ( $H(\alpha)$  et  $H(\gamma)$ ). Ainsi, l'influence des contraintes résiduelles initiales sur les limites d'élasticité est importante quand elles sont superposées aux contraintes appliquées à l'échantillon. D'après la figure 4.10-a et 4.16-a, les valeurs relativement élevées des contraintes initiales ( $\sigma_{DN}^{ph}$ ) dans les deux phases diminuent la limite d'élasticité macroscopique de l'austénite et l'augmentent dans la ferrite, pour l'acier étudié (Figs 4.10.a et 4.16.a).



**Fig 4.16** Résultats de l'essai de traction "in situ". Le chargement est appliqué le long de DT (a) et le long de DL (b). Les contraintes  $\sigma_{33}^{ph}$  sont supposées nulles. Les contraintes résiduelles initiales du tableau 4.7 sont introduites dans les calculs.

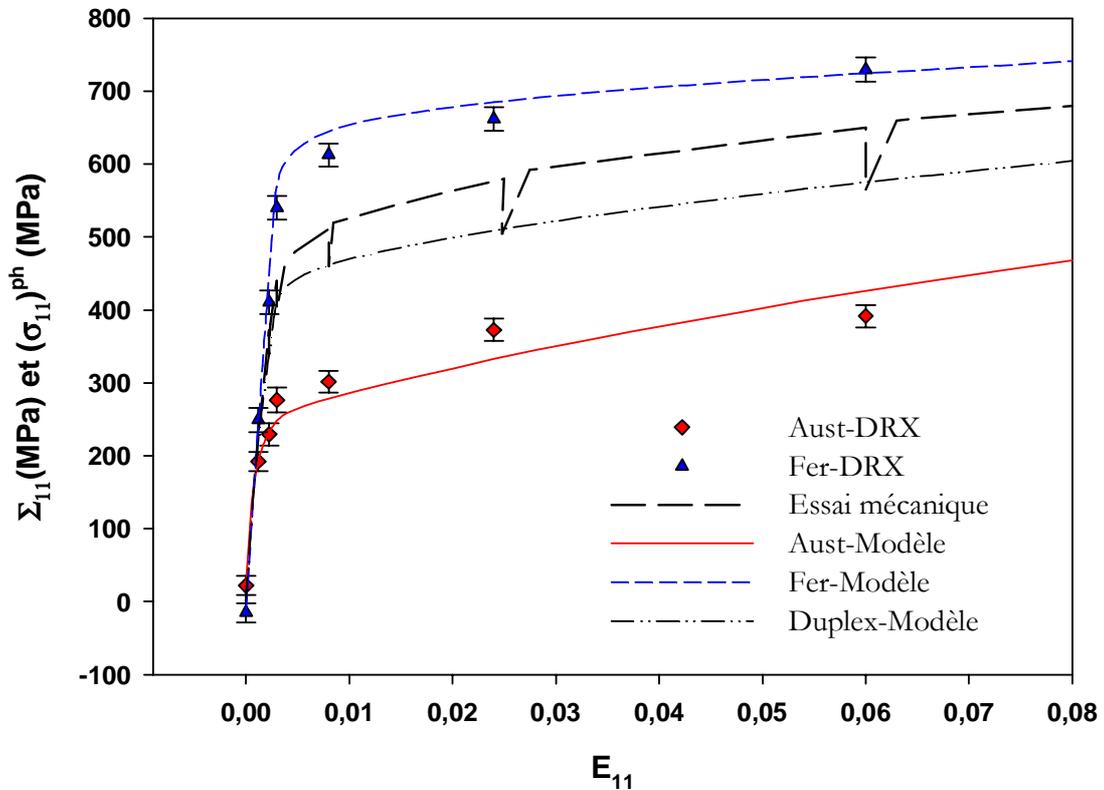
Phases	DC // DT			DC // DL		
	$\tau_c^0$ (MPa)	H (MPa)	$\sigma_{0,2\%}^{el}$ (MPa) <b>microscopique</b>	$\tau_c^0$ (MPa)	H (MPa)	$\sigma_{0,2\%}^{el}$ (MPa) <b>microscopique</b>
Austénite	120	200 (260*)	370	110	200 (260*)	340
Ferrite	245	80 (20*)	620	250	80 (20*)	580

\* Valeurs des paramètres d'érouissage H obtenues en supposant que  $\sigma_{33}^{ph} \neq 0$ .

**Tableau 4.8** Paramètres de la déformation plastique de l'acier UR45N identifiés par le modèle élastoplastique pour un chargement appliqué selon les directions DT et DL et en tenant compte des contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX du tableau 4.7

Ainsi, la différence significative entre les limites d'élasticité des deux phases est observée non seulement à cause des différences des cissions critiques (caractérisant les duretés des phases) mais également à cause des contraintes initiales dans les échantillons non déformés et de leurs évolutions.

Les résultats obtenus sont également représentés d'une manière classique en exprimant les contraintes dans les phases et la contrainte appliquée en fonction de la déformation totale mesurée à la surface de l'éprouvette par une jauge de déformation (Fig 4.17)



**Fig 4.17** Les résultats de l'essai de traction « in situ » (chargement le long de DT) sont comparés aux résultats du modèle pour l'acier UR45N, en supposant que  $\sigma_{33}^{ph} = 0$  et en tenant compte des contraintes résiduelles initiales.

Dans la suite du travail on adoptera la présentation des résultats en exprimant les contraintes déterminées par diffraction en fonction des contraintes appliquées, car et comme on l'aperçoit dans la Fig 4.17, les contraintes dans les phases varient considérablement pour de très petites déformations macroscopiques appliquées et rendent leurs interprétations plus difficiles dans la gamme de déformation qui nous intéresse le plus ( $E_{11} \leq 2\%$ ).

#### 4.3.7. Largeurs de raies et évolution des cissions critiques $\tau_c^o$

Comme il a été indiqué dans le paragraphe 1.7 du chapitre 1, l'élargissement des raies de diffraction est une combinaison complexe de différentes contributions microstructurales. Dans le cas de l'acier duplex austéno-ferritique nous supposons que l'élargissement des raies de diffraction au cours de la déformation est principalement lié à la densité et la distribution des dislocations. La distribution spatiale et la densité des dislocations ( $\rho$ ) dans un grain influencent la cission critique résolue sur un système de glissement ([Pic,78], [Luc,95]) :

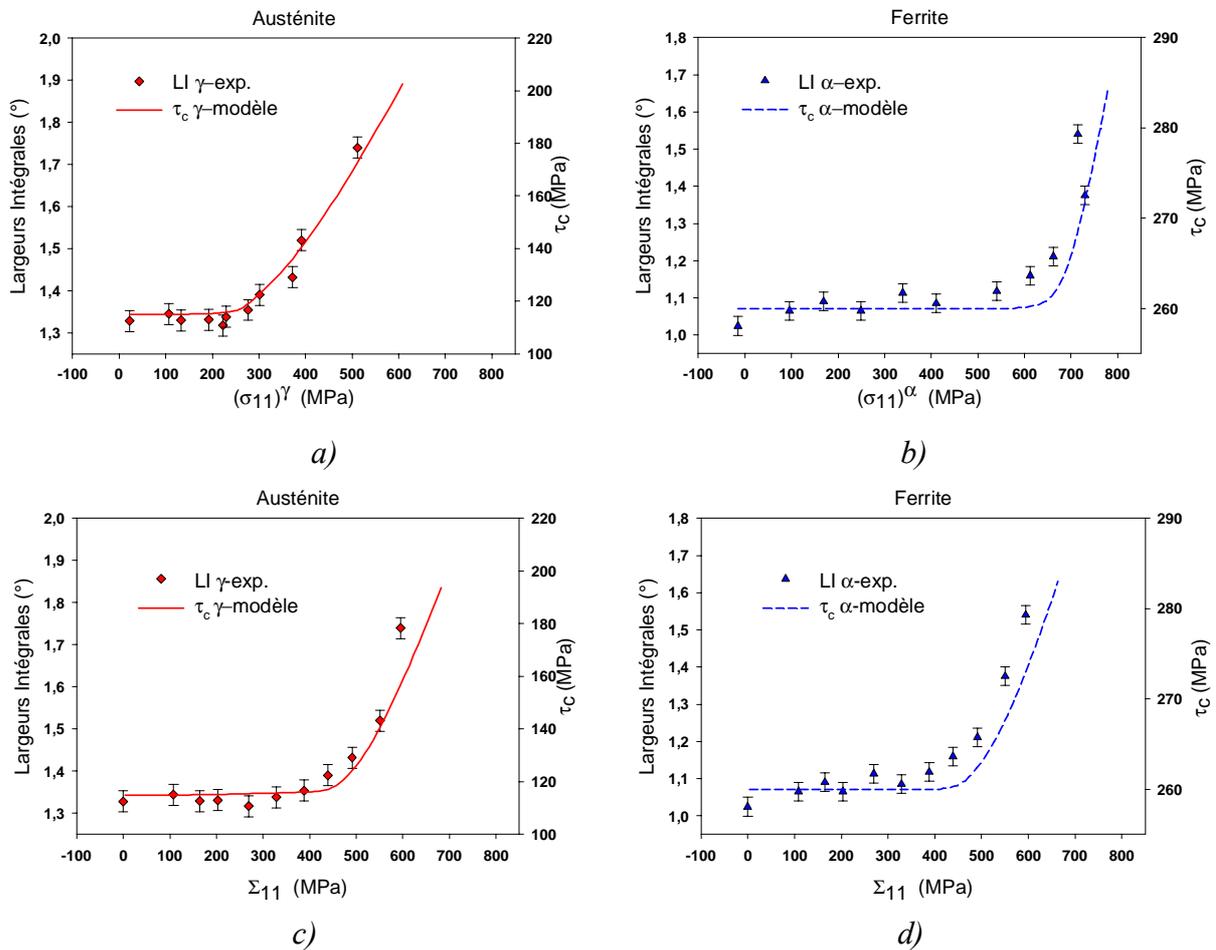
$$\tau_c = \tau_c^o + \alpha \cdot \mu \cdot b \cdot \sqrt{\rho} \quad (4.3)$$

où  $b$  est le module du vecteur de Burgers,  $\mu$  est le module de cisaillement,  $\alpha$  est une constante du matériau et  $\tau_c^o$  est la cission critique initiale.

L'évolution de la cission critique durant la déformation peut être calculée par le modèle élastoplastique ([Lip,95]). D'autre part, l'élargissement des raies est relié à la densité des dislocations. Pour la taille des grains considérés dans ce travail (10-50 $\mu\text{m}$ ) et en supposant une distribution homogène des dislocations, l'élargissement des raies est proportionnel à  $\sqrt{\rho}$  ([Ung,96]). Les valeurs moyennes des cissions critiques identifiées par le modèle peuvent alors être comparées à l'évolution des largeurs intégrales. Dans ce but, les mêmes calculs que précédemment sont effectués pour les chargements selon la direction transverse et la direction de laminage en tenant compte des contraintes résiduelles initiales (Tableau 4.7) et en utilisant les paramètres identifiés par le modèle (Tableau 4.8) en supposant que  $\sigma_{33}^{\text{ph}} = 0$ . Afin de faciliter l'interprétation des résultats, les courbes d'évolution des largeurs intégrales en fonction de la contrainte macroscopique appliquée et en fonction des contraintes dans les deux phases sont tracées sur les mêmes graphes que ceux de l'évolution des cissions critiques déterminées par le modèle élastoplastique (Fig 4.18 et 4.19).

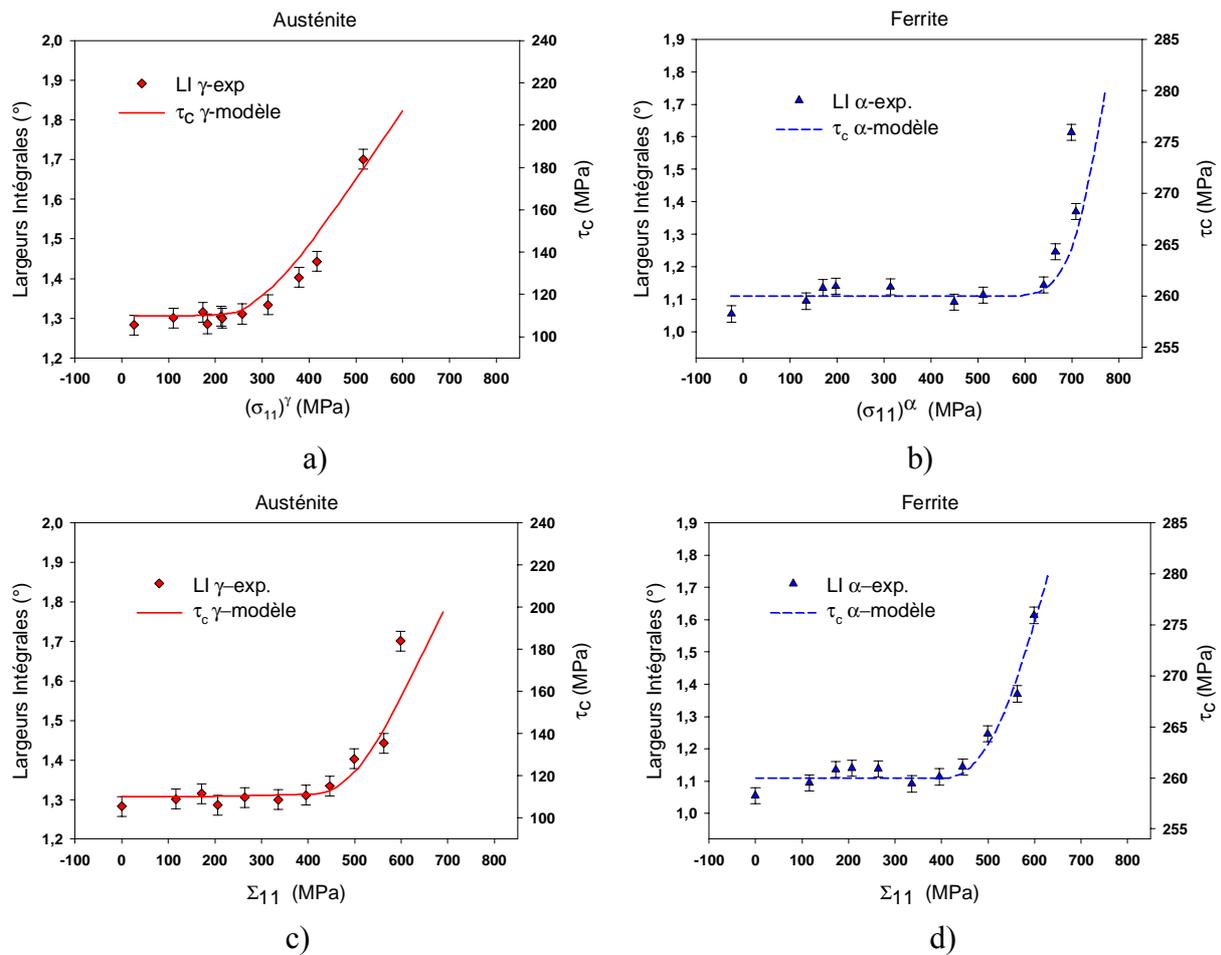
Une bonne correspondance est obtenue globalement entre les largeurs intégrales et les cissions critiques dans les deux cas de chargement (DT et DL). On identifie aisément sur les figures 4.18.a.b et 4.19.a.b les niveaux de contrainte à partir desquels la densité des dislocations de chacune des phases commence à s'accroître. Ils correspondent aux débuts de l'accroissement

des largeurs intégrales. Ces niveaux de contrainte correspondent quasiment aux deux limites d'élasticité des phases étudiées (Tableau 4.8). Ce résultat montre encore que le modèle élastoplastique est confronté avec succès aux résultats expérimentaux déterminés par DRX.



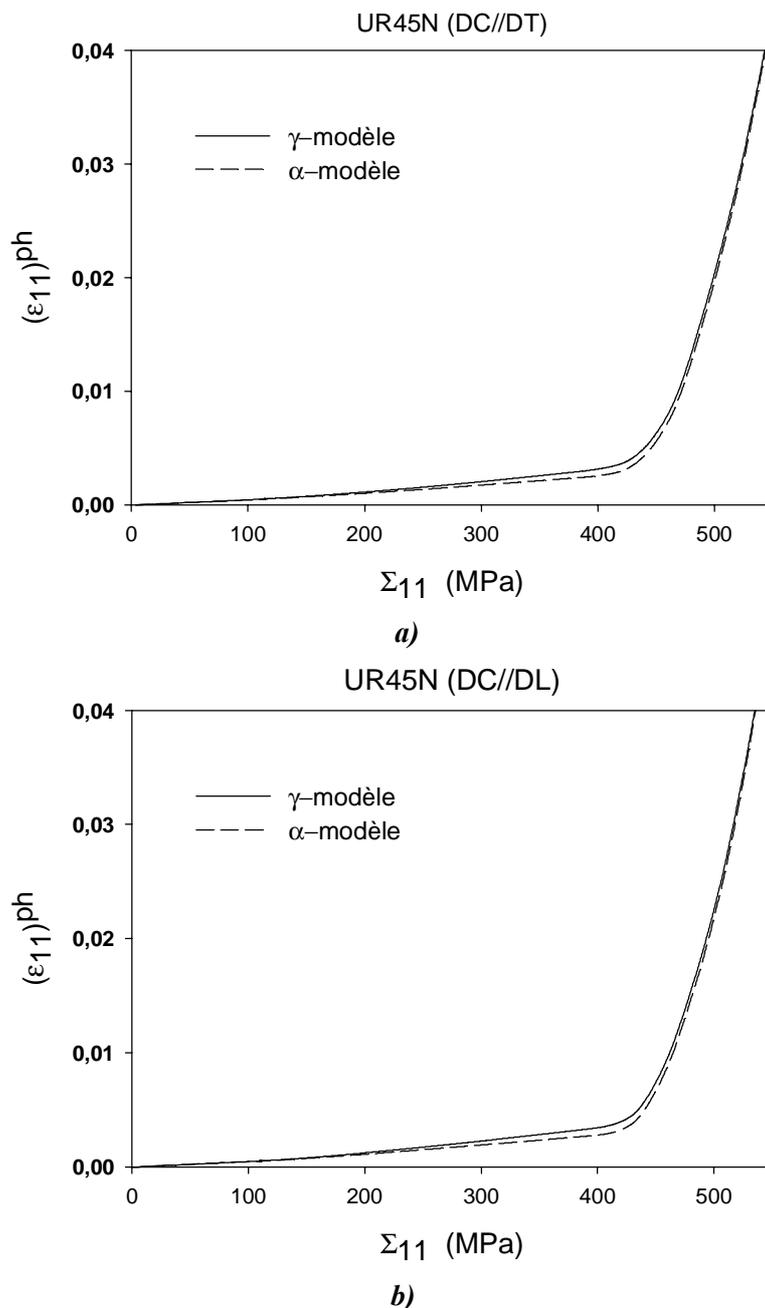
**Fig 4.18:** Evolutions des largeurs intégrales comparées aux évolutions des cissions critiques, chargement en traction selon **la direction transverse**. a) et b) : LI des phases en fonction des contraintes dans l'austénite et la ferrite respectivement ; c) et d) : LI des phases en fonction de la contrainte macroscopique appliquée

Si l'on analyse les résultats des largeurs intégrales et des cissions critiques exprimées en fonction des contraintes macroscopiques appliquées on remarque que la valeur de la contrainte appliquée, pour laquelle les cissions critiques et les largeurs intégrales augmentent significativement, est similaire pour les deux phases et correspond à  $\Sigma_{11} \approx 450$  MPa (Fig 4.18.c.d et 4.19.c.d). Ceci signifie que la déformation plastique qui engendre la multiplication des dislocations n'est pas considérable dans le domaine élastoplastique dans lequel seule l'austénite se déforme plastiquement ( $\Sigma_{11} \approx 220$ -450 MPa). Cependant, les largeurs intégrales et donc les densités de dislocations augmentent fortement quand les deux phases se plastifient.



**Fig 4.19:** Evolutions des largeurs intégrales comparées aux évolutions des cissions critiques, chargement en traction selon **la direction de laminage**. a) et b) : LI des phases en fonction des contraintes dans l'austénite et la ferrite respectivement ; c) et d) : LI des phases en fonction de la contrainte macroscopique appliquée

Ce résultat est confirmé par les prédictions des déformations élastoplastiques totales calculées pour l'austénite et la ferrite en fonction de la contrainte appliquée (Fig 4.20). Dans la gamme de déformation élastoplastique  $\Sigma_{11} \approx 220\text{-}450$  MPa, les déformations totales des phases sont faibles par rapport à celles dans la gamme de déformation plastique (les deux phases subissent une déformation plastique). Les mêmes observations ont été obtenues pour les mesures par la diffraction des neutrons par Baczmański en comparant l'évolution des largeurs de cordes à mi-hauteur avec l'évolution des cissions critiques des deux phases ([Bac,04a]).



**Fig 4.20:** Evolution de la déformation élastoplastique dans les phases en fonction de la contrainte macroscopique. (a) Chargement de traction selon la direction transverse (b) Chargement de traction selon la direction de laminage

#### 4.4. Conclusion

La DRX a été utilisée afin d'analyser la répartition des contraintes dans un acier duplex austéno-ferritique. L'analyse des résultats expérimentaux a été effectuée en tenant compte de l'anisotropie du matériau (texture cristallographique) et de la forme ellipsoïdale des inclusions. Les CER ont été déterminées par le modèle auto-cohérent. Il a été montré qu'un polissage électrolytique des échantillons étudiés lors d'un essai de traction uniaxiale « *in situ* » sous diffractomètre DRX est nécessaire pour déterminer le comportement mécanique à coeur des

phases austénitique et ferritique. Le modèle auto-cohérent de la déformation élastoplastique a été confronté avec succès aux résultats expérimentaux. Les cissions critiques et les paramètres d'écroutissage de chacune des phases de l'acier duplex étudié ont été identifiés. La phase austénitique reste la phase la moins dure tandis que la phase ferritique est la phase la plus dure dans l'acier duplex étudié.

La complémentarité des techniques des neutrons et celle de rayons X nous a permis d'analyser plus profondément les processus qui se produisent pendant la déformation élastoplastique. Un très bon accord entre les résultats de diffraction des neutrons, obtenus antérieurement, et ceux des rayons X a indiqué que les effets observés dans les deux expériences sont dus essentiellement à l'évolution des contraintes déviatoriques qui sont responsables de la déformation plastique. Le meilleur accord entre les résultats des deux techniques a été obtenu quand les résultats du modèle ont été adaptés aux résultats expérimentaux de diffraction des rayons X en supposant que  $\sigma_{33}^{ph}=0$ . Ce résultat suggère que les composantes  $\sigma_{33}^{ph}$  des contraintes dans les phases relaxent en partie ou même complètement dans la couche superficielle étudiée par le rayonnement X et que l'hypothèse de  $\sigma_{33}^{ph}=0$  est justifiée.

L'influence des contraintes résiduelles initiales sur les limites d'élasticité des phases a été considérée. Il a été montré que la présence de contraintes résiduelles initiales dans l'échantillon non déformé modifie considérablement les valeurs des limites d'élasticité dans les phases et que les contraintes résiduelles initiales doivent être prises en compte dans les calculs. Les paramètres reliés directement à la densité des dislocations ont été déterminés expérimentalement par l'évolution des largeurs intégrales et théoriquement par l'évolution des cissions critiques des phases ( $\tau_c^{ph}$ ). Il a été montré que la largeur intégrale et donc la densité des dislocations, augmentent significativement quand les deux phases atteignent leur limite d'élasticité (Fig. 4.18 a,b et 4.19 a,b).

Enfin, on peut conclure que dans cette partie, la pertinence de la technique de diffraction des rayons X dans l'analyse de la répartition des contraintes dans un acier biphasé austéno-ferritique lors d'un chargement de traction uniaxiale a été montrée. Le modèle auto-cohérent, confronté à différentes grandeurs obtenues par DRX permet de déterminer les paramètres de plasticité des phases dans un acier hétérogène multiphasé en utilisant une seule famille de plans de diffraction pour chaque phase. La démarche utilisée dans ce chapitre a permis de suivre l'évolution des contraintes locales pendant la déformation élastoplastique et de déterminer la différence entre les paramètres qui caractérisent les propriétés plastiques des phases d'un acier texturé.

# Chapitre 5

## Analyse du comportement des phases d'un acier inoxydable austéno-ferritique par la diffraction des neutrons et la modélisation auto-cohérente

### 5.1. Introduction

Dans le chapitre précédent, les déformations élastiques et les contraintes ont été déterminées pour une seule raie de diffraction pour chacune des deux phases ((311) pour l'austénite et (211) pour la ferrite). L'analyse de la réponse d'autres raies de diffraction qui présentent une plus forte anisotropie (telles que les raies (200) de l'austénite et de la ferrite) permettra de mieux analyser le comportement mécanique des phases sous un chargement extérieur appliqué. La diffraction des neutrons et la modélisation auto-cohérente sont utilisées dans ce chapitre afin d'étudier la déformation « *in situ* » et le comportement mécanique des phases de l'acier duplex austéno-ferritique. La technique d'analyse de temps-de-vol est utilisée. L'avantage de cette méthode est qu'elle permet d'étudier plusieurs familles de cristaux, de plusieurs phases et dans différentes directions de l'échantillon en utilisant une seule configuration de montage expérimental (cf. chapitre 3). Les distances inter-réticulaires peuvent donc être mesurées simultanément pour plusieurs familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$  pour toutes les phases étudiées, sous différents modes de sollicitation mécanique ainsi que dans différents environnements ([ISIS]).

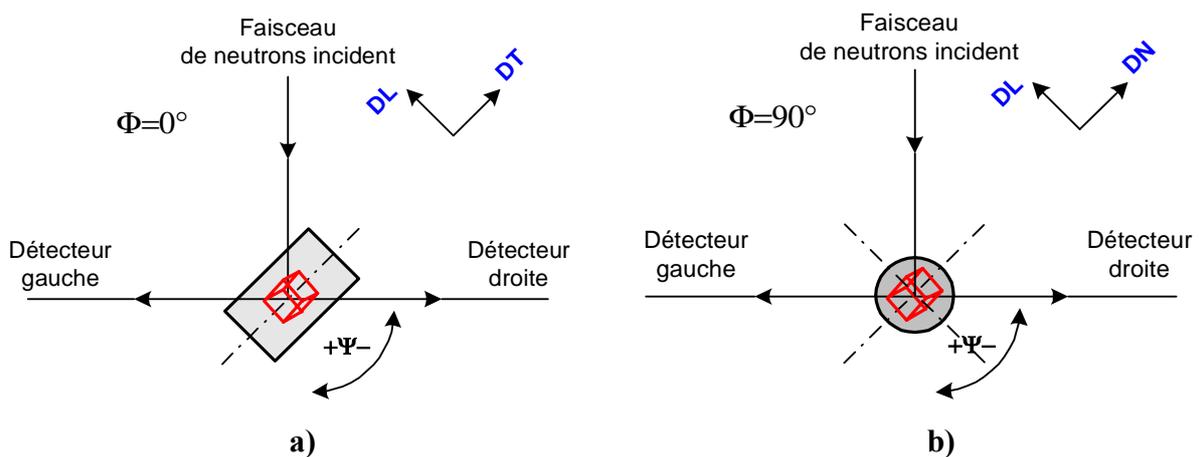
Le but de ce chapitre est d'étudier le comportement mécanique des deux phases de l'acier duplex UR45N, sous différents types de sollicitations mécaniques, en réalisant un nombre d'investigations expérimentales à partir de la technique de temps-de-vol de la diffraction des neutrons. Les résultats seront analysés par le modèle auto-cohérent et seront comparés aux résultats déjà obtenus, dans le chapitre précédent, par DRX.

### 5.2. Contraintes résiduelles initiales

Rappelons que la faible absorption de la radiation des neutrons permet d'étudier le comportement au coeur de l'éprouvette et de déterminer les contraintes (résiduelles ou sous chargement). Cependant le problème de la méconnaissance des paramètres de maille de chaque phase pour l'acier biphasé non contraint sera toujours présent. En effet, en utilisant la radiation

des neutrons, la mesure est effectuée dans le cœur, où toutes les composantes de contraintes  $\sigma_{ii}^{ph}$  sont présentes ( $i=1..3$ ). Pour cela, seule la différence entre les contraintes ( $\sigma_{ii}^{ph} - \sigma_{33}^{ph}$ ) peut être déterminée à partir des courbes des  $\sin^2 \Psi$  dans le cas de la diffraction des neutrons.

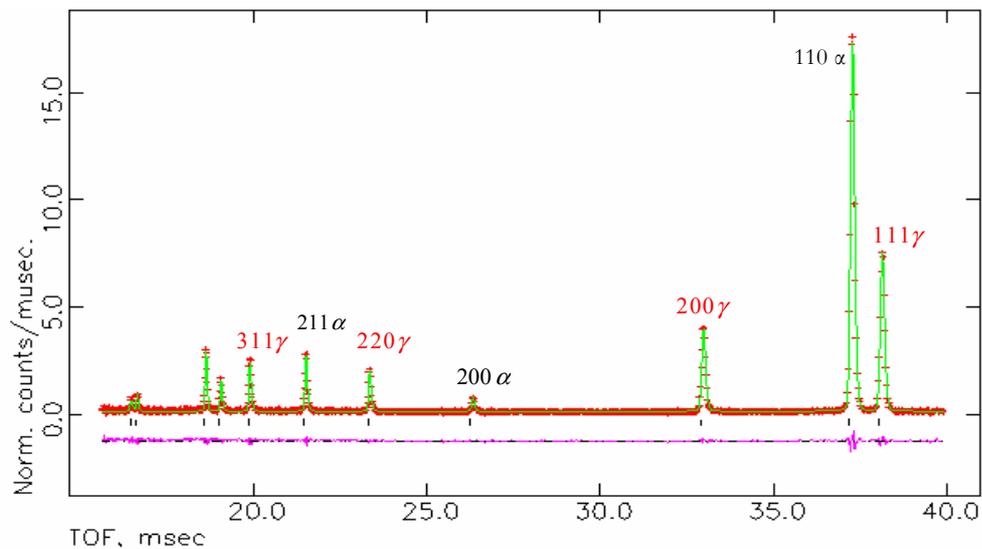
Des investigations expérimentales ont été menées afin de déterminer le niveau des contraintes résiduelles initiales dans l'acier hyperefforté. La même nuance d'acier UR45N étudié dans le chapitre précédent est utilisée dans ce chapitre. Une table de positionnement a permis d'orienter dans l'espace un échantillon cylindrique par rapport aux deux détecteurs du diffractomètre ENGIN-X (Fig 3.8.a) afin d'obtenir des spectres complets des différents plans réticulaires pour différentes positions correspondant aux angles  $\phi$ . Le balayage a été effectué selon les angles  $\psi$  positifs et négatifs (Fig 5.1). L'échantillon a une hauteur de 10mm et un diamètre 8mm. Pour chaque spectre de diffraction correspondant à une position  $\phi$  et  $\psi$  donnée, les pics de diffraction des plans réticulaires (hkl) sont traités et analysés individuellement et en totalité en utilisant le logiciel de traitement GSAS ([Lar,94]) (Fig 5.2).



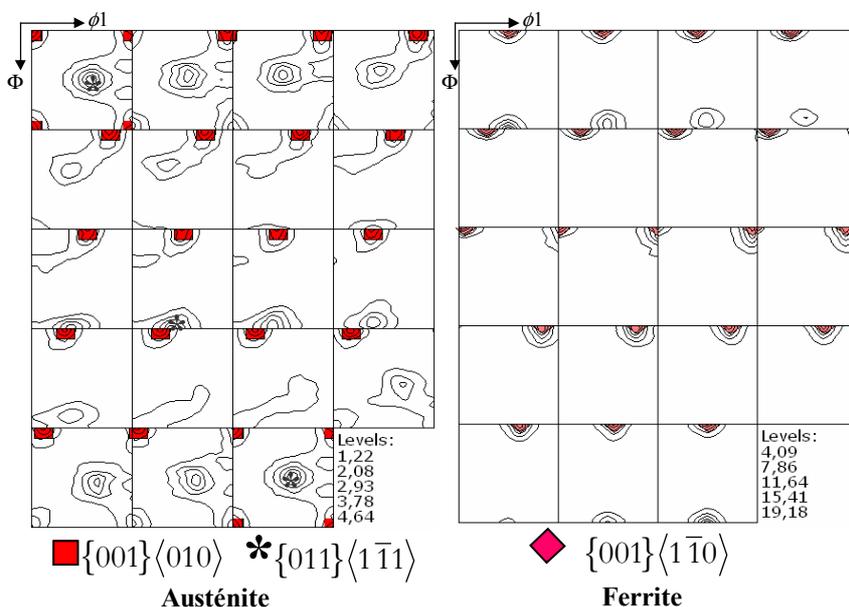
**Fig 5.1.** Détermination des contraintes résiduelles par la diffraction des neutrons et montage de l'éprouvette pour la mesure de a)  $\sigma_{DT}^{ph} - \sigma_{DL}^{ph}$  et b)  $\sigma_{DN}^{ph} - \sigma_{DL}^{ph}$ . Le volume irradié est de  $4 \times 4 \times 4 \text{ mm}^3$ .

Les mesures des distances inter-réticulaires sont effectuées afin de déterminer les contraintes ( $\sigma_{DT}^{ph} - \sigma_{DL}^{ph}$ ) correspondant à  $\phi = 0^\circ$  et la contrainte ( $\sigma_{DN}^{ph} - \sigma_{DL}^{ph}$ ) correspondant à  $\phi = 90^\circ$  (Fig 5.1). En plus de la texture cristallographique de l'acier à l'état hyperefforté mesurée par DRX (cf. Chapitre 4), on dispose également de la Fdoc du même matériau (même coulée) déterminée à partir de figures de pôles expérimentales mesurées par la diffraction des neutrons ([Bac,04a]). On constate que le même type de texture est obtenu pour les deux phases que ce soit en surface (par DRX, voir Fig 4.3) ou à cœur (par la diffraction neutronique, voir Fig 5.3). Cependant, les intensités de texture dans le centre de l'éprouvette sont environ deux fois plus faibles pour l'austénite et trois fois plus faibles pour la ferrite que les intensités correspondant à la texture de chaque phase mesurée par DRX. Les contraintes sont déterminées en appliquant la procédure d'interpolation dans laquelle les CER sont calculées par l'approche auto-cohérente (cf paragraphe 1.3). L'influence de la texture cristallographique déterminée par la

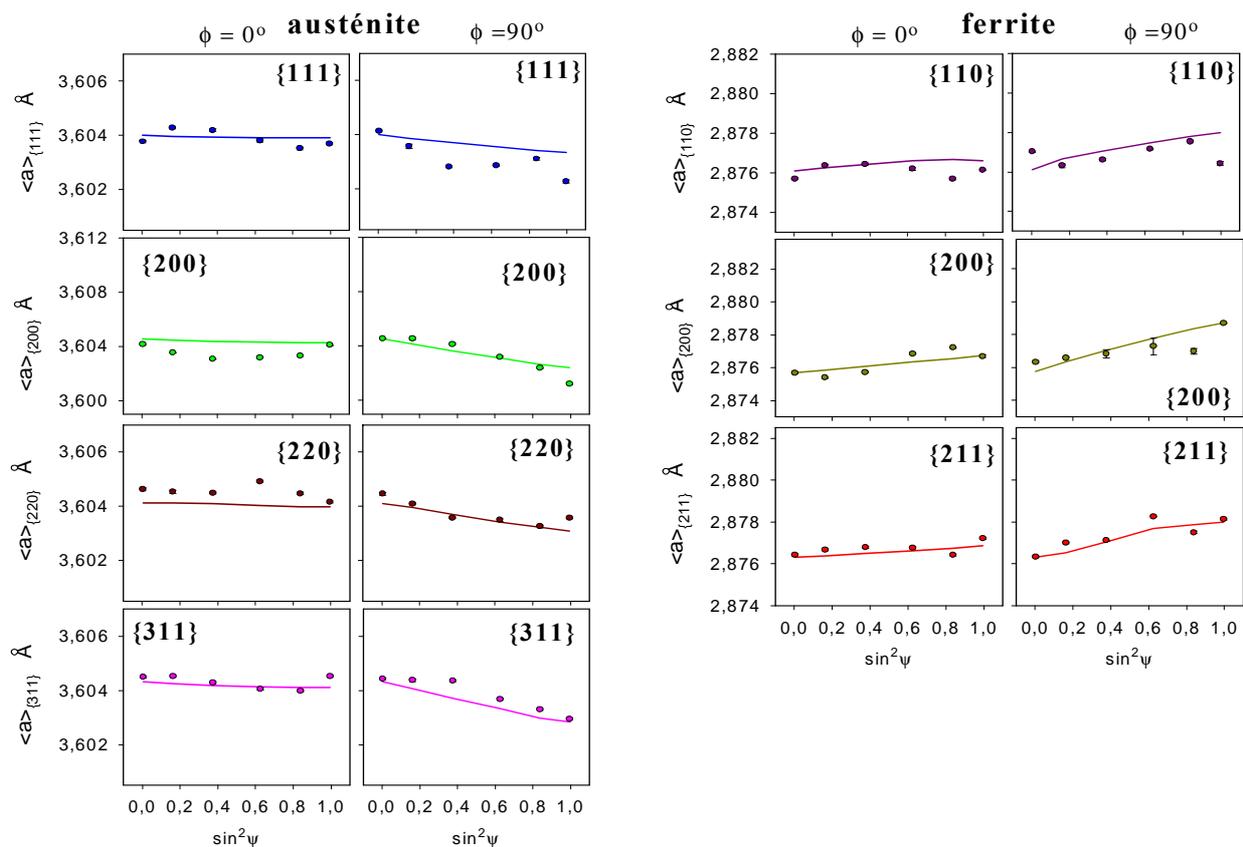
diffraction des neutrons, de l'anisotropie du cristal et de la forme ellipsoïdale des inclusions a été prise en considération dans l'analyse. La méthode de temps-de-vol nous a permis de collecter les courbes des  $\sin^2(\psi)$  pour un grand nombre de familles de plan  $\{hkl\}$ . Afin d'obtenir des contraintes plus représentatives statistiquement, la méthode de la « multi-réflexion » a été appliquée dans la détermination des contraintes résiduelles dans les deux phases (cf. paragraphe 1.6.4). En effet, ces contraintes représentent la moyenne de celles d'un grand nombre de grains ayant différentes orientations cristallographiques. Quelques courbes des  $\sin^2(\psi)$  sur quatre plans réticulaires pour l'austénite et trois pour la ferrite sont représentées sur la (Fig 5.4). On retrouve globalement le caractère quasiment linéaire de ces courbes obtenues auparavant par DRX dans le chapitre 4 (Fig 4.15). Les valeurs des contraintes obtenues sont présentées dans le tableau 5.1.



**Fig 5.2.** Diffractogramme typique de l'acier austéno-ferritique obtenu par diffraction des neutrons: points de mesure (les lignes +) et résultats de lissages (lignes continues). Les raies d'austénite ( $\gamma$ ) et de ferrite ( $\alpha$ ) sont indiquées. La courbe qui représente la différence entre le spectre mesuré et les résultats de lissage est montrée également.



**Fig 5.3.** Fonctions de distribution des orientations  $f(\phi_1, \Phi, \phi_2)$  des deux phases de l'acier duplex ayant subi une déformation élastoplastique, calculées à partir des f.d.p déterminées par diffraction des neutrons. Les sections à travers l'espace d'Euler sont représentées pour l'austénite et la ferrite avec un pas régulier de  $5^\circ$  le long de l'axe  $\Phi_2 = \text{cte}$ .



**Fig 5.4** Evolution des  $p$  paramètres de maille en fonction de  $\sin^2 \psi$  déterminés pour différentes familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$  en utilisant la méthode de temps-de-vol et les résultats des interpolations obtenus en utilisant la méthode de « multi-réflexion ». Acier UR45N à l'état hypertrempe.

Dans le chapitre 4, les contraintes résiduelles initiales présentes dans l'acier ont été également déterminées par DRX pour différentes sections orthogonales d'un cube. Ces mesures ont permis d'avoir une meilleure estimation des niveaux de contraintes selon les trois directions (DT, DN et DL). Les résultats obtenus par ces mesures sont retraités une deuxième fois mais en introduisant cette fois la texture cristallographique mesurée par la diffraction des neutrons (Fig 5.3) (Tableau 5.2). Les valeurs de contraintes obtenues ne diffèrent pas d'une manière significative de celles déterminées en considérant la texture issue de la DRX (Tableau 5.2).

	Austénite	Ferrite
$\sigma_{DT}^{ph} - \sigma_{DL}^{ph}$ (MPa)	-8	36
$\sigma_{DN}^{ph} - \sigma_{DL}^{ph}$ (MPa)	-62	113

**Tableau 5.1.** Contraintes résiduelles initiales déterminées par diffraction des neutrons pour les deux phases de l'acier austéno-ferritique.

		<b>Austénite</b>	<b>Ferrite</b>
<b>Section DT/DN</b>	$\sigma_{DT}^{ph}$ (MPa)	38 (42*)	-31 (-35*)
	$\sigma_{DN}^{ph}$ (MPa)	-137 (-130*)	85 (66*)
<b>Section DN/DL</b>	$\sigma_{DN}^{ph}$ (MPa)	-132 (-134*)	100 (75*)
	$\sigma_{DL}^{ph}$ (MPa)	39 (43*)	-59 (-66*)
<b>Section DL/DT</b>	$\sigma_{DL}^{ph}$ (MPa)	49 (55*)	-48 (-52*)
	$\sigma_{DT}^{ph}$ (MPa)	46 (53*)	-40 (-40*)

\* Contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX en tenant compte de la texture cristallographique mesurée par DRX. L'incertitude sur ces mesures est de  $\pm 25$ MPa.

**Tableau 5. 2.** Contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX dans les deux phases de l'acier austéno-ferritique. La texture cristallographique mesurée par diffraction des neutrons est considérée dans les calculs.

Si l'on compare les contraintes obtenues par DRX à celles obtenues par la diffraction des neutrons, un accord qualitatif est obtenu entre les résultats déterminés par les deux techniques de diffraction (Tableau 5.1 et 5.2). Dans les deux cas, les contraintes déterminées dans les phases selon les deux directions DT et DL sont relativement faibles et approximativement égales. Cependant, la contrainte selon la direction DN est plus significative dans les deux phases (négative dans l'austénite et positive dans la ferrite). La différence constatée entre les valeurs des contraintes obtenues par la diffraction des neutrons et par DRX peut être expliquée par la différence considérable des volumes analysés par les deux radiations employées. En plus, en DRX un seul plan réticulaire pour chaque phase a été utilisé pour les mesures de contraintes, tandis que plusieurs raies de diffraction ont été étudiées par la diffraction des neutrons en utilisant la méthode de temps-de-vol. Cependant, on peut conclure que les valeurs de contraintes obtenues par la DRX sont plus fiables car elles sont mieux équilibrées entre les phases et permettent de déterminer le tenseur de contraintes complet des deux phases de l'acier duplex.

### 5.3. Réponse mécanique des phases sous un chargement uniaxial

#### 5.3.1. Mesure des déformations élastiques

Pour deux éprouvettes, l'une de traction et l'autre de compression (Fig 5.5), les déformations axiales  $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$ , mesurées selon l'axe de chargement (DT), et les déformations transversales  $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$  et  $\epsilon_{33}^{\{hkl\}}$  mesurées selon les directions libres DN et DL sont déterminées, sous différents niveaux de chargement macroscopique après stabilisation de la contrainte

macroscopique (1h de relaxation avant chaque mesure). Les déformations élastiques  $\epsilon_{11}^{\{hkl\}}$  sont déterminées à partir des spectres enregistrés par le détecteur de droite, pour les deux éprouvettes de traction, en utilisant l'Eq.3.3, tandis que les déformations  $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$  et  $\epsilon_{33}^{\{hkl\}}$ , mesurées dans les directions DN et DL respectivement, sont déterminées à partir des spectres de neutrons enregistrés par le détecteur gauche, pour les deux éprouvettes convenablement orientées par rapport au faisceau de neutrons (Fig 5.1). Un exemple d'illustration de déplacements des raies de diffraction neutronique obtenus pour un pic de chaque phase de l'acier austéno-ferritique est montré pour trois différents niveaux de chargement de traction et de compression (Fig 5.6).

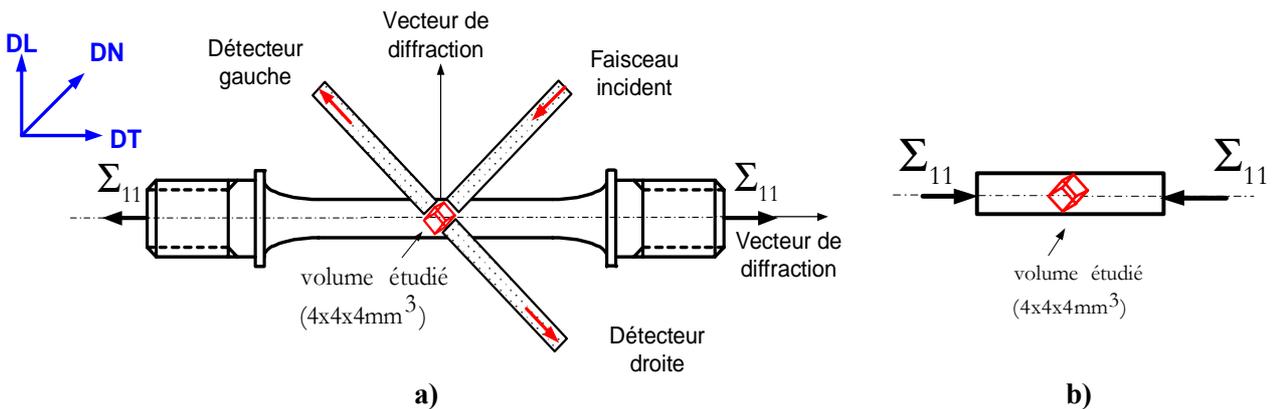


Fig 5.5. Eprouvettes de traction a) et de compression b) et définition du volume analysé

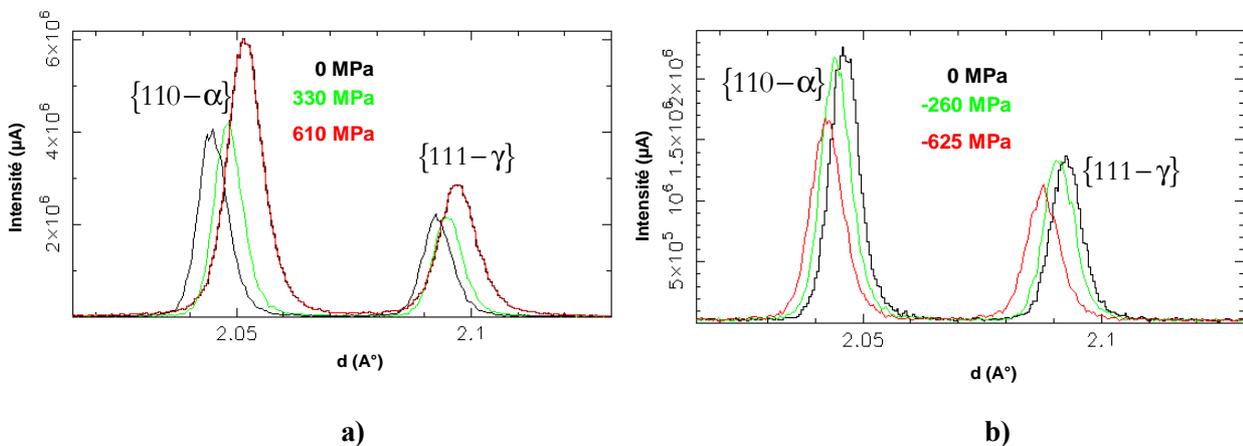


Fig 5.6. Déplacement des pics de diffraction au cours du chargement de (a) traction et de (b) compression.

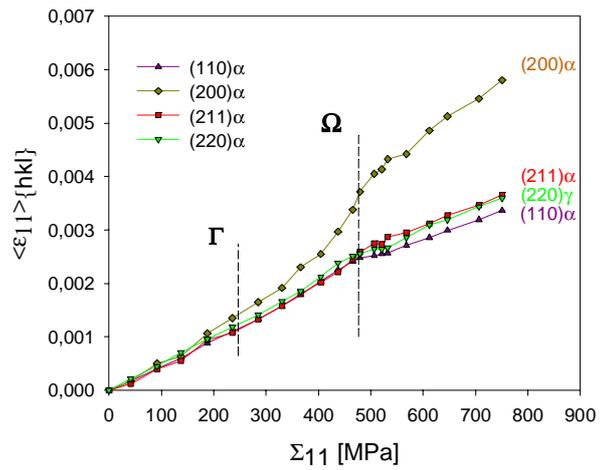
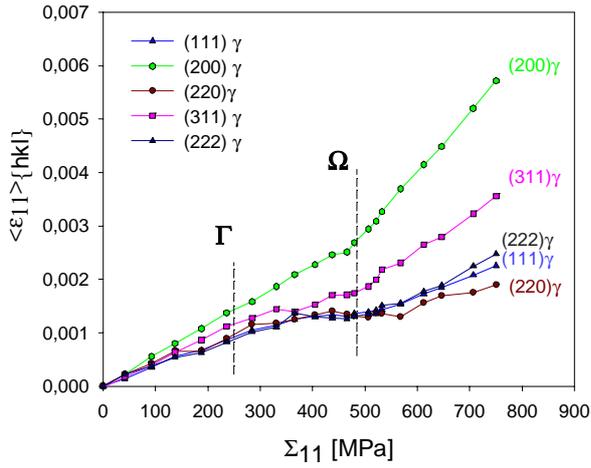
Les évolutions des déformations élastiques en fonction de la contrainte macroscopique appliquée, pour cinq familles de plans pour l'austénite et quatre familles de plans pour la ferrite, sont tracées sur les figures 5.7 et 5.8. Les barres d'erreurs déterminées par la procédure de lissage statistique ne sont pas représentées car elles sont très petites pour être visibles sur les graphes. La sensibilité pour la détermination de  $d$  est également très faible par rapport aux valeurs de déformations enregistrées ( $\Delta d/d \approx 5 \times 10^{-6}$ ). Si l'on analyse les résultats expérimentaux des déformations élastiques axiales de traction, on constate la présence d'une grande anisotropie élastique et plastique de ces déformations pour les deux phases (Fig 5.7). Au

début de la déformation (jusqu'au seuil  $\Gamma$ ), les deux phases sont au dessous de leur limite d'élasticité et seule une déformation élastique linéaire se produit. La différence entre les plans réticulaires dans cette gamme de déformation est due à l'anisotropie élastique des cristaux et au fait que différentes familles de plans réticulaires sont utilisées pour la phase  $\gamma$  et la phase  $\alpha$  dans la mesure des déformations. L'effet de l'anisotropie élastique est évident. Puisque dans les phases cubiques à faces centrées (CFC) et dans les cubiques centrées (CC), [200] est la direction cristallographique la moins rigide, les déformations mesurées en utilisant le plan réticulaire (200) sont les plus grandes dans les deux phases austénitique et ferritique. Les déformations mesurées pour les autres plans réticulaires montrent des réponses plus rigides.

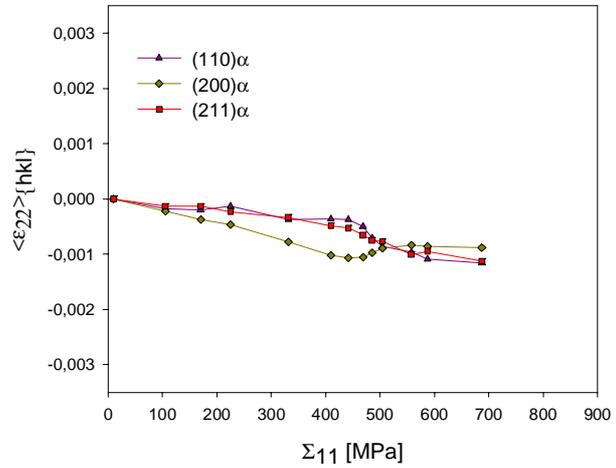
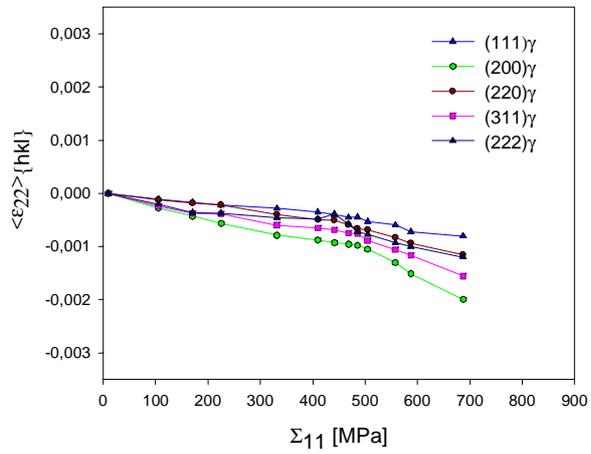
De faibles déformations élastiques négatives, dues à l'effet Poisson, se produisent dans les directions transversales du chargement de traction « *in situ* » et se développent linéairement dans le régime élastique (Fig 5.7.b.c).

Une première déviation de la linéarité apparaît dans la direction axiale du chargement, plus marquée dans l'austénite, approximativement pour une même valeur de contrainte macroscopique appliquée, pour tous les plans réticulaires simultanément, indiquant le début de la déformation plastique dans la phase austénitique. A partir de ce niveau de chargement (seuil  $\Gamma$ ), les déformations élastiques dans l'austénite, qui se déforme plastiquement, augmentent plus lentement que celles dans les grains ferritiques qui sont encore en train de se déformer élastiquement. Le deuxième seuil apparaît plus loin (seuil  $\Omega$  dans Fig 5.7a) quand toutes les courbes de déformations changent d'une manière notable leur caractère linéaire simultanément. Ce deuxième seuil indique le début de la déformation plastique dans la ferrite qui augmente plus lentement que celle dans l'austénite ( $H(\alpha) < H(\gamma)$ ). On peut donc conclure que les deux seuils  $\Gamma$  et  $\Omega$  sont identifiés comme étant les points correspondant aux limites d'élasticité de la phase  $\gamma$  et de la phase  $\alpha$ , respectivement.

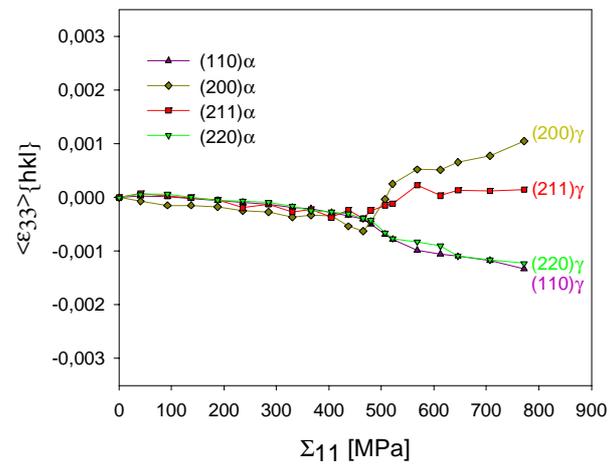
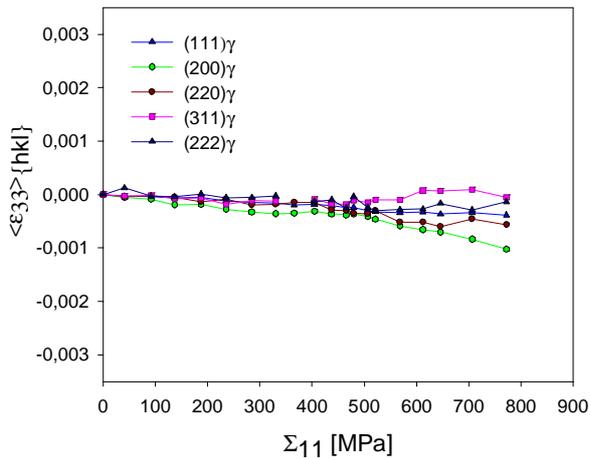
Si l'on analyse les résultats expérimentaux des déformations axiales pour l'essai de compression uniaxiale, on trouve que des évolutions linéaires des déformations élastiques sont également produites au début du chargement (Fig 5.8.a). De faibles déformations transversales ( $\epsilon_{22}^{\{hkl\}}$  et  $\epsilon_{33}^{\{hkl\}}$ ) sont développées dans cette gamme de déformation. On retrouve aussi pour cet essai que les déformations élastiques pour la direction cristallographique [200] sont les plus élevées, confirmant ainsi que cette direction est la moins rigide. Après cette gamme de déformation élastique, l'interprétation des résultats est plus compliquée que celle pour l'essai de traction. Les seuils  $\Gamma$  et  $\Omega$  ne peuvent pas être clairement définis et attribués aux points correspondant aux limites d'élasticité des deux phases étudiées au cours du chargement de compression.



a)

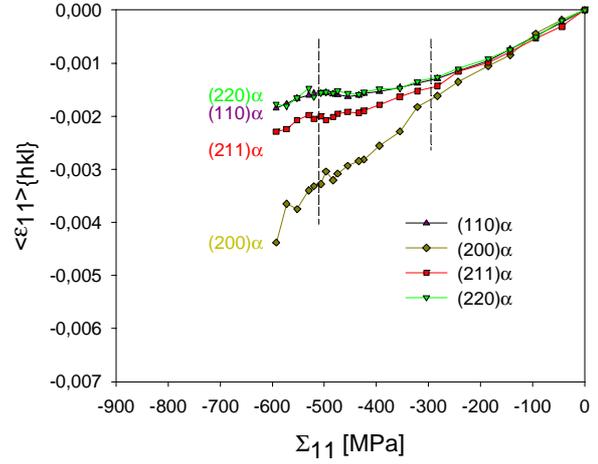
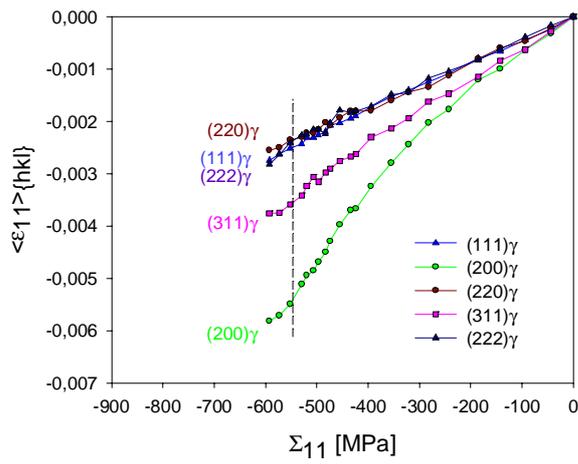


b)

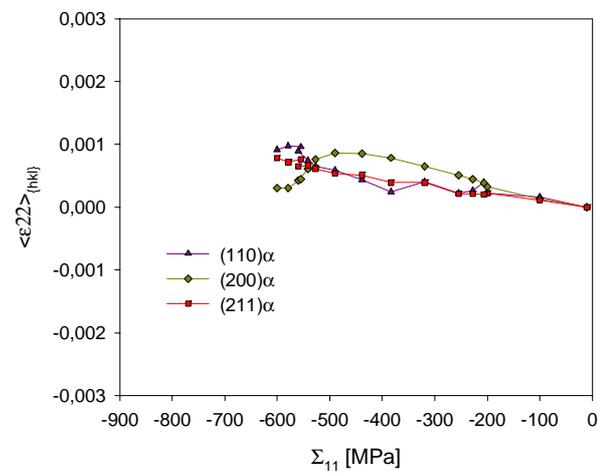
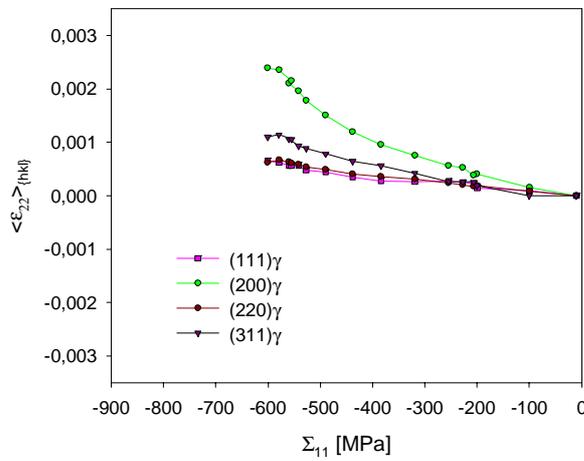


c)

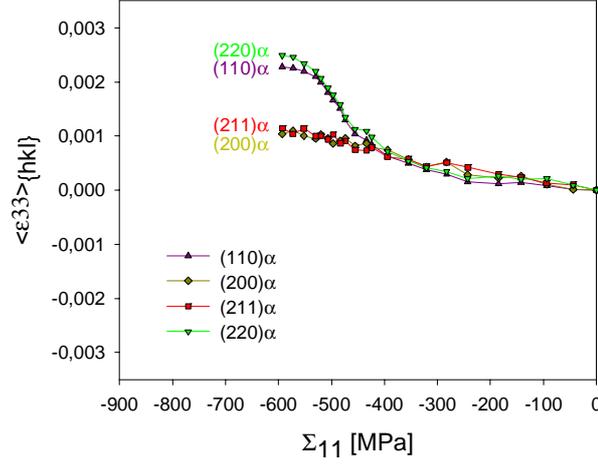
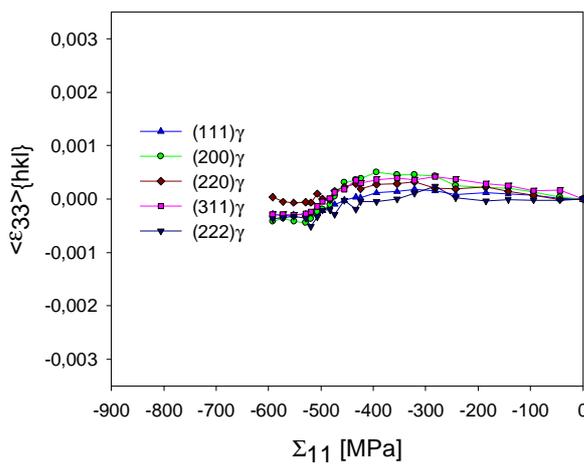
**Fig 5.7.** Déformations élastiques ( $\langle \epsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) (a) selon l'axe de chargement de traction (DT) et déformations transversales ( $\langle \epsilon_{33} \rangle_{\{hkl\}}$ ) (b) et (c) perpendiculaires à l'axe de chargement en fonction de la contrainte appliquée  $\Sigma_{11}$ . Les déformations sont mesurées « in situ » pour plusieurs familles de plans réticulaires  $\{hk\}$  dans les deux phases de l'acier austéno-ferritique UR45N.



a)



b)



c)

**Fig 5.8.** Déformations élastiques ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) (a) selon l'axe de chargement de compression (DT) et déformations transversales ( $\langle \varepsilon_{33} \rangle_{\{hkl\}}$ ) (b) et (c) perpendiculaire à l'axe de chargement en fonction de la contrainte appliquée  $\Sigma_{11}$ . Les déformations sont mesurées « in situ » pour plusieurs familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$  dans les deux phases de l'acier austéno-ferritique UR45N.

Pour certaines familles de plans, les déformations axiales mesurées montrent que la ferrite est moins dure que l'austénite ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{110\}}$  et  $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{211\}}$  dans la ferrite dévient de la linéarité pour un chargement macroscopiques d'environ -300 MPa). Cependant, le contraire peut être constaté pour d'autres plans réticulaires (par exemple,  $\langle \varepsilon_{33} \rangle_{\{200\}}$  dans la ferrite dévient de la linéarité pour un chargement macroscopiques appliqué d'environ -500 MPa). Les raies de l'austénite, pour l'essai de compression, dévient de la linéarité à un chargement d'environ -500 MPa. Ainsi, et vue la difficulté rencontrée dans la détection des seuils de plasticité des phases dans l'essai de compression, les seuils tracés dans la Fig 5.8 correspondent aux points pour lesquels des déviations marquantes de la linéarité sont observées. Ils ne correspondent pas aux seuils  $\Gamma$  et  $\Omega$  qui indiquent les limites d'élasticité des phases.

Les résultats expérimentaux obtenus en utilisant la technique de *temps-de-vol* pour les essais en traction et en compression montrent une forte anisotropie des propriétés élastiques et plastiques dans les deux phases de l'acier duplex étudié. Les comportements de l'austénite et de la ferrite sont différents et une asymétrie des déformations élastiques déterminées en traction et en compression est observée. L'analyse de ces résultats expérimentaux représente un vrai défi pour tester les modèles théoriques de prédiction d'un tel comportement complexe, à l'échelle des phases.

Les déviations significatives de la linéarité des déformations élastiques dans la direction transversale  $\varepsilon_{22}^{\{hkl\}}$  et  $\varepsilon_{33}^{\{hkl\}}$  sont observées quand les deux phases sont déformées plastiquement sous le chargement axial de traction et de compression (Figs 5.7.b.c et 5.8.b.c).

### 5.3.2. Interprétations et discussions

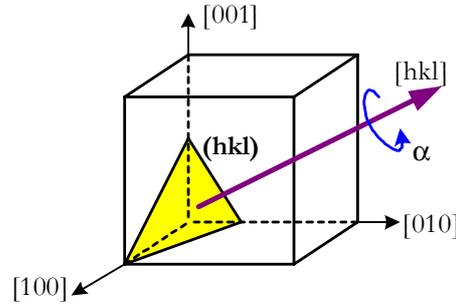
#### 5.3.2.1. Effet des contraintes résiduelles initiales sur les propriétés des phases

Le modèle auto-cohérent élastoplastique présenté dans les chapitres 1 et 4 est utilisé afin de prédire les déformations élastiques en fonction du chargement mécanique appliqué. Les déformations élastiques mesurées par la diffraction neutronique sont comparées à celles déterminées par le modèle auto-cohérent:

$$\langle \varepsilon_{ii} \rangle_{(hkl)} = \frac{\sum_{\{hkl\}} \left\{ \int_0^{2\pi} \varepsilon_{ii}(g) f(g) d\alpha \right\}_{(hkl)}}{\sum_{\{hkl\}} \left\{ \int_0^{2\pi} f(g) d\alpha \right\}_{(hkl)}} \quad (5.1)$$

où la moyenne des déformations  $\langle \varepsilon_{ii} \rangle_{(hkl)}$  est calculée pour les grains ayant une direction  $[hkl]$  parallèle au vecteur de diffraction correspondant et effectuant une rotation  $\alpha$  autour de lui même (Fig 5.9). Les vecteurs de diffraction sont orientés selon la direction de chargement (DT) et selon

les directions perpendiculaires à l'axe de chargement (DN et DL) et ne changent pas d'orientation que ce soit dans les calculs ou dans l'expérience. Dans l'intégrale, la Fdoc ( $f(g)$ ) qui caractérise la texture cristallographique (déterminée par diffraction neutronique ou par DRX) est prise en considération dans les calculs ( $g$  est l'orientation du grain). Les déformations correspondant à chaque famille de plans sont déterminées pour chaque phase séparément. Les calculs sont effectués pour 20000 grains (10000 pour la ferrite et 10000 pour l'austénite).

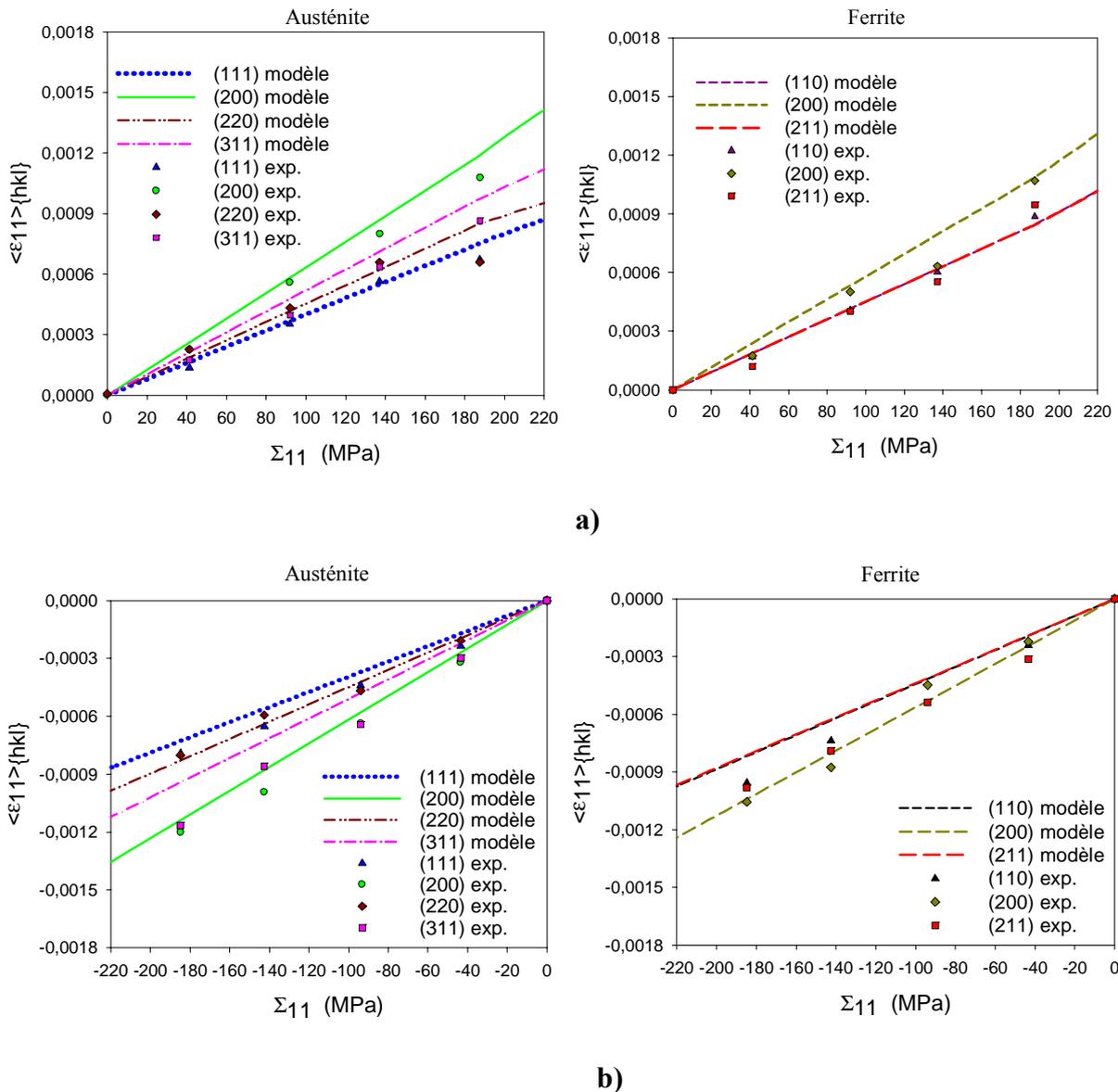


**Fig 5.9** Définition de l'angle d'intégration  $\alpha$  utilisé dans l'Eq.5.1. Le cristal effectue une rotation autour de la direction  $[hkl]$ , qui restera parallèle au vecteur de diffraction (normal au plan  $(hkl)$ ).

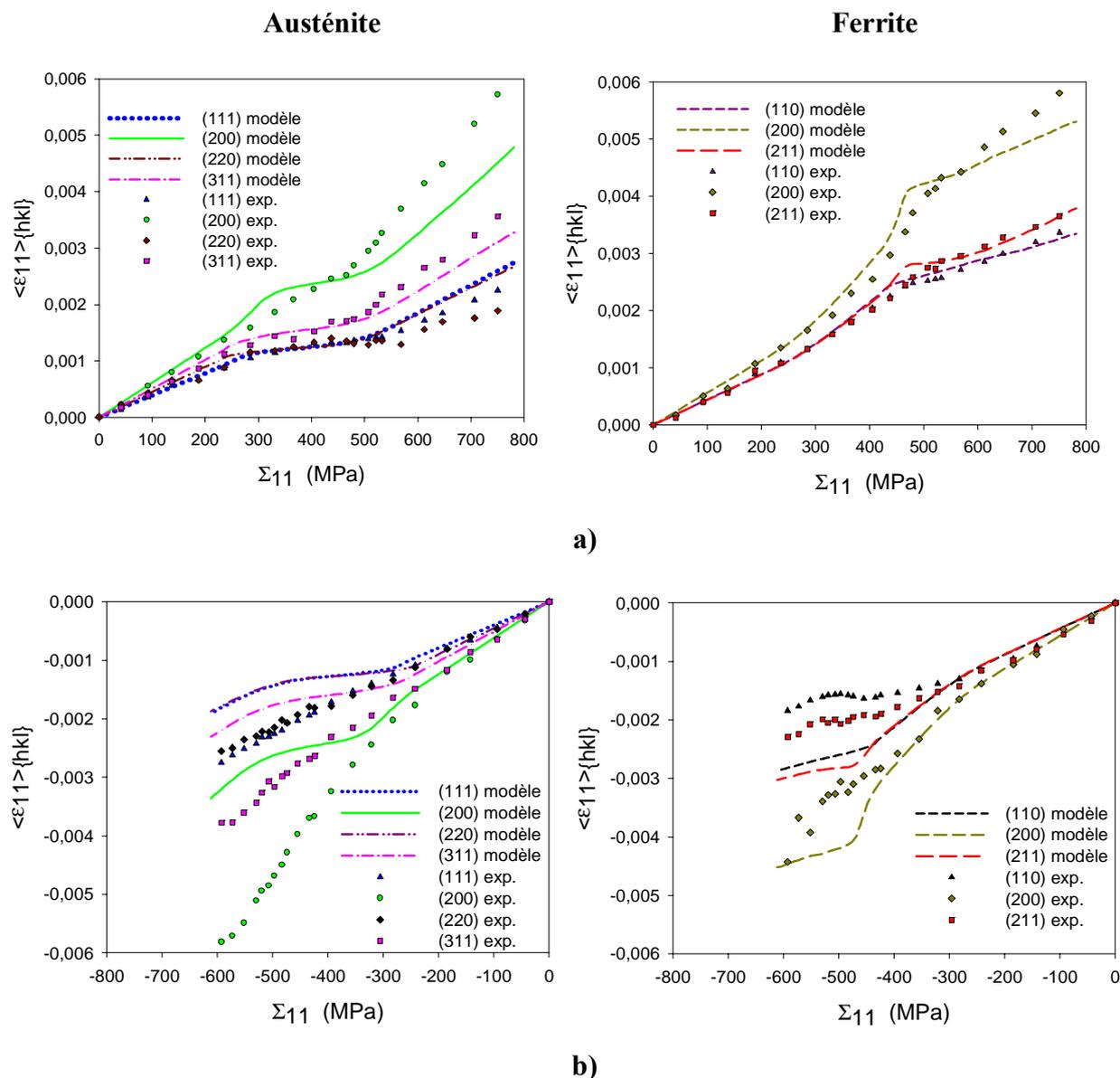
Pour une meilleure clarté, seules les réponses des familles de plans réticulaires  $\{110\}$ ,  $\{200\}$  et  $\{211\}$  pour la phase ferritique et les familles  $\{111\}$ ,  $\{200\}$ ,  $\{220\}$  et  $\{311\}$  pour la phase austénitique seront représentées par la suite. En effet, ces familles de plans réticulaires sont les plus représentatives du comportement de l'acier polycristallin étudié et permettent de déterminer les déformations élastiques les plus précises. Les premiers calculs sont effectués en supposant que les contraintes résiduelles initiales sont nulles et en tenant compte de la texture cristallographique déterminée par DRX (Fig 5.10). La même démarche de comparaison expérience/modèle adoptée dans le chapitre 4 est appliquée pour ces calculs. Les calculs sont effectués en optimisant les paramètres de plasticité des phases ( $\tau_c^0(\text{ph})$  et  $H(\text{ph})$  où  $\text{ph}$  est la phase  $\alpha$  ou  $\gamma$  correspondante), pour avoir la meilleure adéquation avec les résultats expérimentaux de traction obtenus par la diffraction des neutrons et les courbes de traction. Ensuite, ces paramètres sont introduits dans les calculs pour l'essai de compression.

Dans la gamme de déformation élastique ( $\Sigma \leq 200\text{MPa}$ ), un bon accord est obtenu entre les déformations élastiques théoriques et celles mesurées en utilisant des constantes élastiques anisotropes (du tableau 4.1) (Fig 5.10). Le modèle auto-cohérent a prédit avec succès l'effet de l'anisotropie élastique sur des différentes familles de plans réticulaires. A partir de  $\Sigma = 200\text{MPa}$ , et si l'on analyse les résultats de calcul obtenus au cours de la déformation en traction et en compression, on trouve qu'ils sont évidemment anti-symétriques (c'est à dire que  $\epsilon_{\{hkl\}_{el}}^{\text{traction}}(\text{ph}) = -\epsilon_{\{hkl\}_{el}}^{\text{compression}}(\text{ph})$ ), et ils sont en désaccord avec les points mesurés (Fig 5.11). Ce résultat signifie que le modèle est incapable de prédire simultanément les deux essais de traction et de compression avec les mêmes paramètres de plasticité des phases ( $\tau_c^0(\gamma)=90\text{MPa}$ ,

$\tau_c^0(\alpha)=260\text{MPa}$ ,  $H(\gamma)=200\text{MPa}$  et  $H(\alpha)=120\text{MPa}$ ) et quand des contraintes résiduelles initiales sont supposées nulles dans les calculs. L'évolution asymétrique obtenue, des déformations élastiques mesurées en traction et en compression, laisse suggérer l'existence d'importantes contraintes résiduelles dans le matériau à l'état hypertrempé.



**Fig 5.10** Déformations élastiques ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) selon l'axe de chargement (DT) de traction et de compression en fonction de la contrainte appliquée  $\Sigma_{11}$  (points expérimentaux) sont comparées aux résultats du modèle auto-cohérent (lignes) dans la gamme de déformation élastique. La texture cristallographique, mesurée par DRX de l'acier à l'état hypertrempé est utilisée dans les calculs (Fig 4.3). Des contraintes résiduelles initiales nulles sont supposées dans les calculs.



**Fig 5.11.** Déformations élastiques ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) selon l'axe de chargement (DT) de traction et de compression en fonction de la contrainte appliquée  $\Sigma_{11}$  (points expérimentaux) sont comparées aux résultats du modèle auto-cohérent (lignes). La texture cristallographique mesurée par la DRX de l'acier à l'état hypereutecté est utilisée dans les calculs (Fig 4.3). Des contraintes résiduelles initiales nulles sont supposées dans les calculs.

Afin de mieux comprendre le comportement mécanique des phases sous le chargement de traction et de compression, l'influence des contraintes résiduelles initiales et de la texture cristallographique sur le comportement des phases déterminé par la diffraction des neutrons doit être établie. Les contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX sur l'échantillon non déformé (du tableau 5.3 qui représente une moyenne de contrainte pour chaque direction d'après le tableau 5.2) sont introduites dans les calculs comme étant les contraintes initiales dans les grains. En effet, les valeurs des composantes des contraintes résiduelles initiales ( $\sigma_{ii}^{\text{ph}}$ ) n'ont pas pu être déterminées par la diffraction neutronique (voir tableau 5.1). Les calculs sont effectués pour les éprouvettes soumises à la traction et à la compression selon la direction DT, et en

considérant les contraintes initiales comme suit :  $\sigma_{11}^{\text{ph}} = \sigma_{\text{DT}}^{\text{ph}}$ ,  $\sigma_{22}^{\text{ph}} = \sigma_{\text{DN}}^{\text{ph}}$  et  $\sigma_{33}^{\text{ph}} = \sigma_{\text{DL}}^{\text{ph}}$  (voir Figs 4.14 et 5.5). Les orientations initiales des grains sont établies à partir des textures mesurées dans les deux phases. Les calculs sont effectués selon deux cas. Pour le premier cas, la texture déterminée par DRX est utilisée (Figs 5.12 et 5.13), tandis que pour le deuxième cas la texture déterminée par diffraction des neutrons est utilisée (Figs 5.14 et 5.15). Les déformations élastiques moyennes (Eq 5.1) sont donc prédites par le modèle et comparées aux points expérimentaux obtenus par la méthode de temps-de-voil (Figs 5.12-16).

	Austénite	Ferrite
$\sigma_{\text{DT}}$ (MPa)	42	-37
$\sigma_{\text{DN}}$ (MPa)	-135	92
$\sigma_{\text{DL}}$ (MPa)	44	-54

**Tableau 5. 3.** Contraintes résiduelles initiales moyennes déterminées par DRX dans les deux phases de l'acier austéno-ferritique UR45N d'après le tableau 5.2.

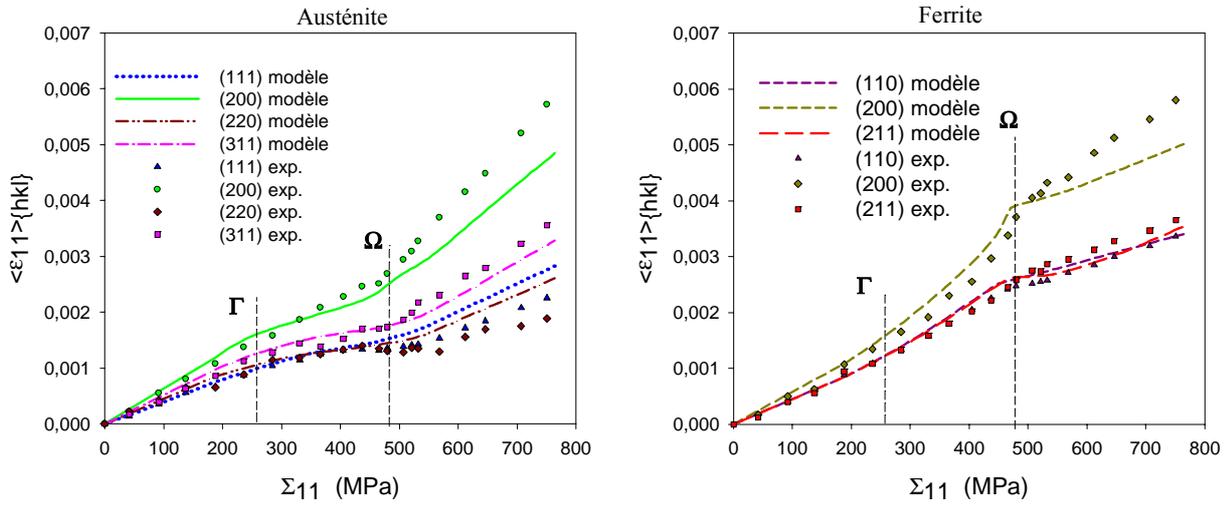
Il importe de signaler que les déformations élastiques initiales prédites ne sont pas nulles pour le matériau non chargé. Cependant, pour pouvoir effectuer la comparaison avec les résultats expérimentaux, les déformations élastiques prédites par le modèle auto-cohérent sont décalées afin de correspondre à zéro pour  $\Sigma_{11} = 0$  MPa.

Afin de prédire la déformation dans la gamme élastoplastique, les paramètres de plasticité sont déterminés en variant les cissions critiques des phases ( $\tau_c^0(\gamma)$  et  $\tau_c^0(\alpha)$ ), pour la traction et la compression séparément, afin de trouver le meilleur accord entre le modèle auto-cohérent et les valeurs expérimentales des seuils représentés sur les Figs 5.7 et 5.8 et correspondant aux passages à la plasticité de l'austénite et de la ferrite. Ensuite, le rapport des paramètres d'érouissage est varié jusqu'à l'obtention du meilleur accord entre les déformations expérimentales et théoriques pour les contraintes appliquées à partir d'environ 500MPa. Finalement, les valeurs de  $H(\gamma)$  et  $H(\alpha)$  sont déterminées en comparant la courbe du comportement macroscopique ( $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}$ ) avec celle mesurée pour les deux essais obtenus par la diffraction des neutrons, d'une part, et en vérifiant la correspondance de la courbe de traction prédite à celle obtenue après la stabilisation des contraintes, d'autre part (Fig 5.16 ).

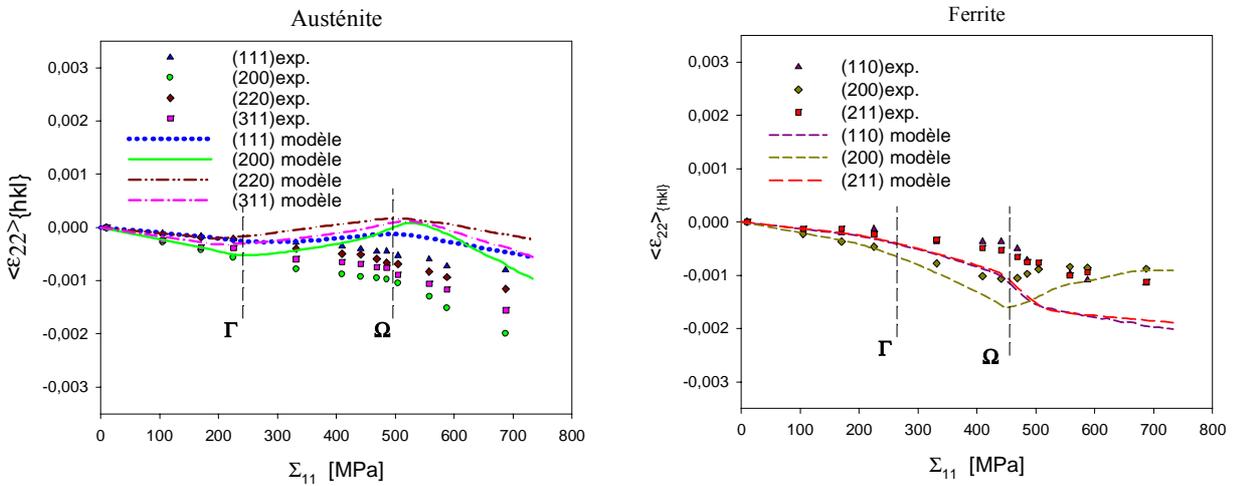
Les résultats de modélisation sont reportés dans le tableau 5.4. Ces résultats montrent que les paramètres de plasticité sont approximativement égaux pour la traction et la compression, pour chaque phase. Ainsi, l'asymétrie des déformations élastiques entre les deux modes de chargement n'est pas engendrée, comme supposé initialement, par une différence entre les cissions critiques ou les paramètres d'érouissage dans les deux phases, mais par la présence de

contraintes résiduelles initiales qui se superposent aux contraintes imposées. Dans les deux essais, l'austénite est initialement la phase la plus ductile ( $\tau_c^0(\gamma) < \tau_c^0(\alpha)$ ), mais la plus écrouissable ( $H(\gamma) > H(\alpha)$ ). Les contraintes résiduelles initiales augmentent les valeurs de la limite d'élasticité de la ferrite en traction et pour l'austénite en compression. Cependant, elles diminuent la limite d'élasticité de l'austénite en traction et de la ferrite en compression, engendrant ainsi une différence dans la réponse plastique des phases entre les deux essais. On note, cependant, que les propriétés mécaniques macroscopiques de l'acier sont globalement similaires entre les deux essais de traction et de compression (voir Fig 5.16). Finalement, aucune différence significative n'a été aperçue pour les paramètres de plasticité déterminés en utilisant la texture mesurée par DRX ou celle déterminée par diffraction neutronique (Tableau 5.4).

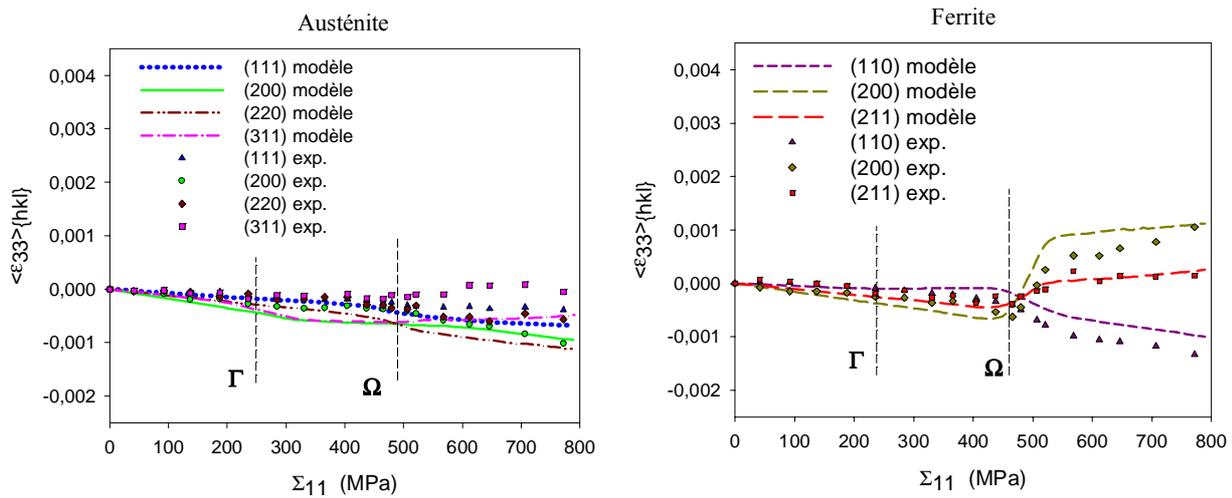
Globalement, le modèle auto-cohérent prédit correctement la réponse anisotrope des déformations élastiques à un chargement appliqué. Si l'on analyse en détail les Figs. 5.12-15, on peut conclure qu'un accord qualitatif est obtenu quasiment pour toutes les raies étudiées. Une très bonne correspondance quantitative est obtenue dans la gamme de déformation élastoplastique dans laquelle au moins une phase est encore dans son domaine de déformation élastique (pour une contrainte appliquée inférieure à 480MPa). L'accord expérience/modèle est plus discutable quand les deux phases sont déformées plastiquement, et l'écart augmente au fur et à mesure que les niveaux de la contrainte et de la déformation macroscopique augmentent. De grandes déformations élastiques ont été obtenues expérimentalement ou théoriquement pour les familles de plans  $\{200\}$ , pour l'austénite et pour la ferrite. Cependant, les plus faibles déformations sont obtenues pour les familles  $\{111\}$  et  $\{110\}$  dans l'austénite et la ferrite, respectivement, durant les deux modes chargement.



a)

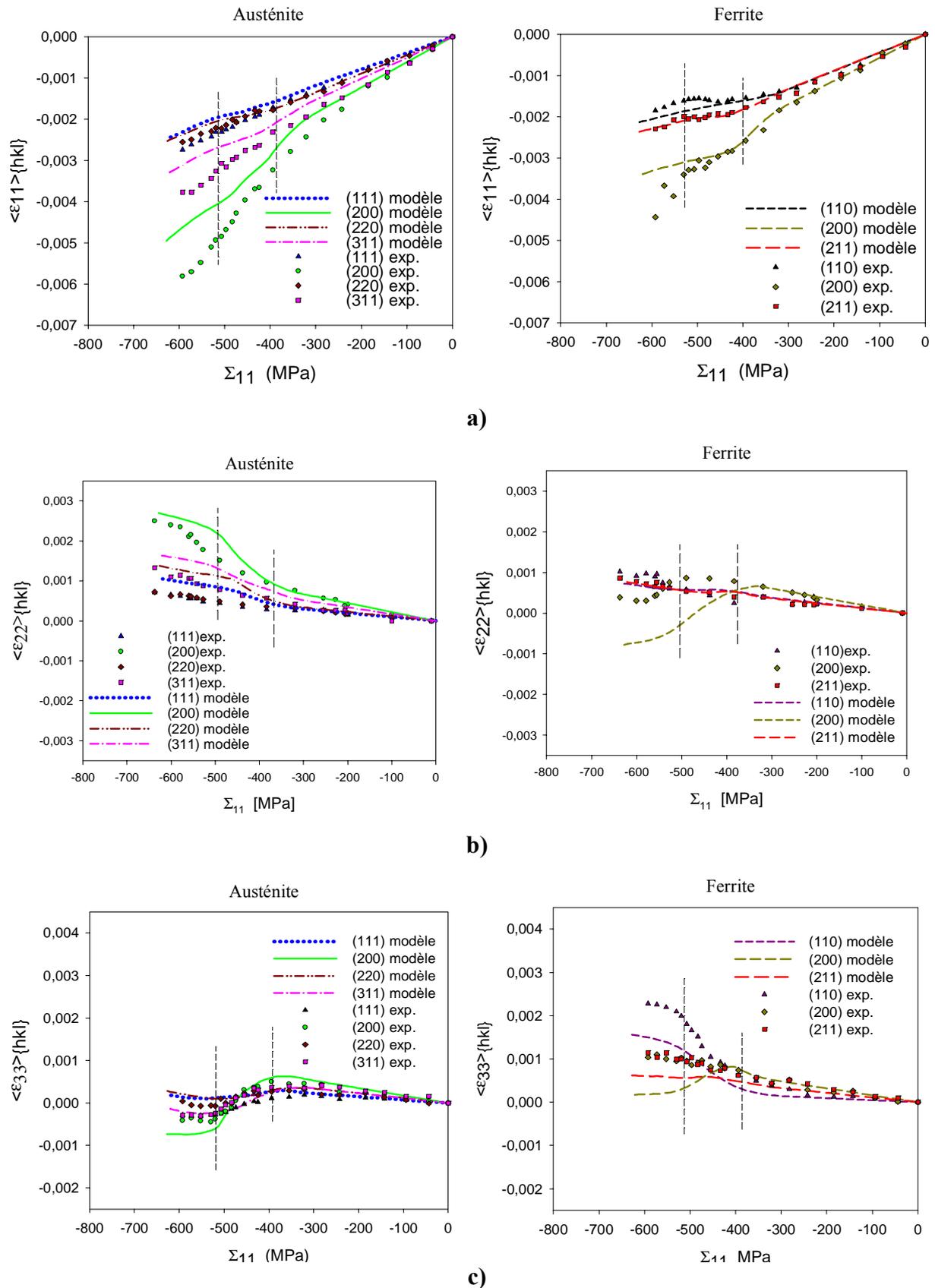


b)

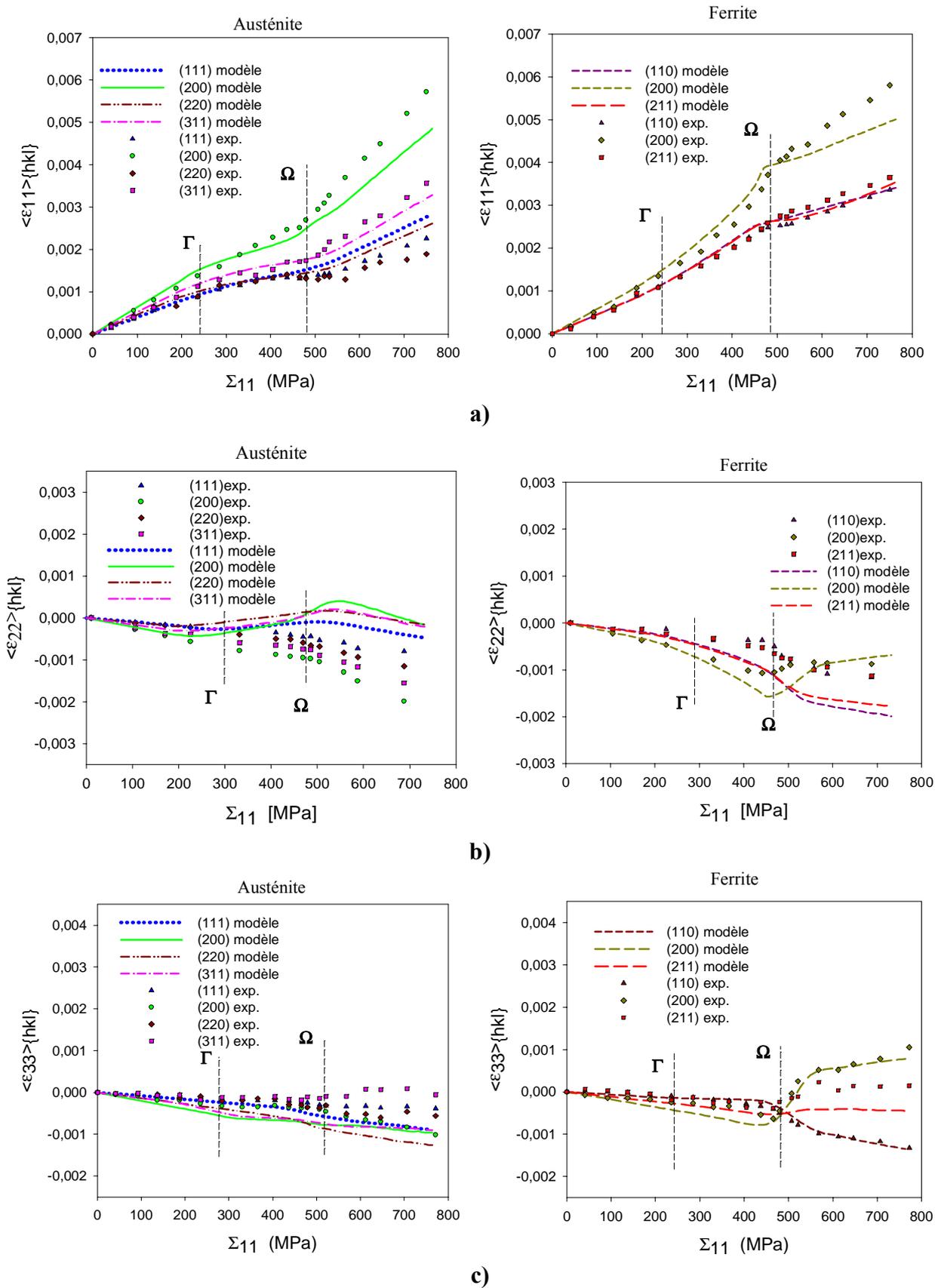


c)

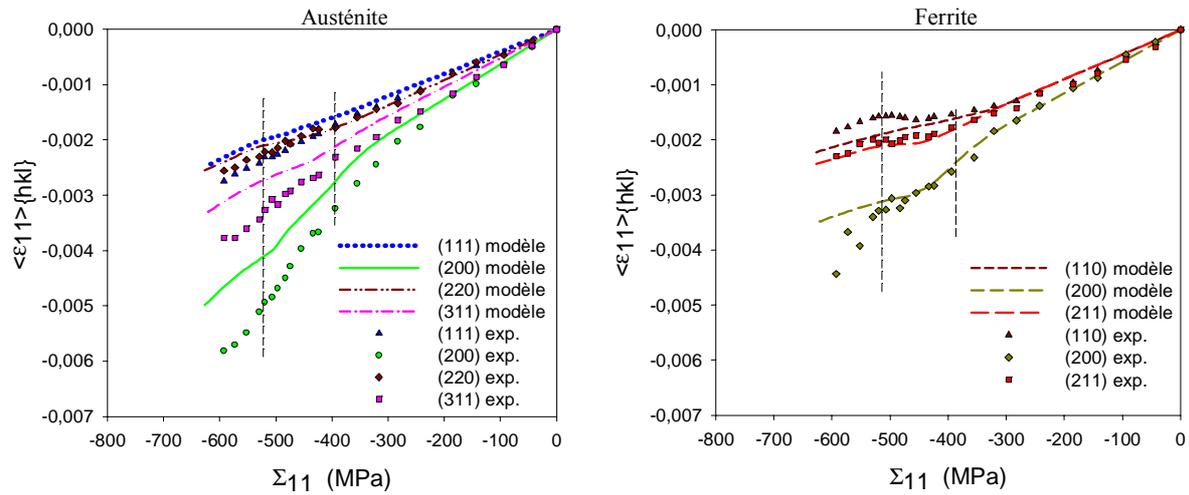
**Fig 5.12.** Les déformations élastiques parallèles ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) (a) et perpendiculaires ( $\langle \varepsilon_{22} \rangle_{\{hkl\}}$  et  $\langle \varepsilon_{33} \rangle_{\{hkl\}}$ ) (b) et (c) à l'axe de chargement (DT) de traction en fonction de la contrainte appliquée  $\Sigma_{11}$  (points expérimentaux), pour différentes familles de plans réticulaires  $\{hk\}$ , sont comparées aux résultats du modèle auto-cohérent (lignes). La texture cristallographique de l'acier à l'état hypertempéré (Fig 4.3) et les contraintes résiduelles initiales déterminées par la DRX (Tableau 5.3) sont utilisées dans les calculs.



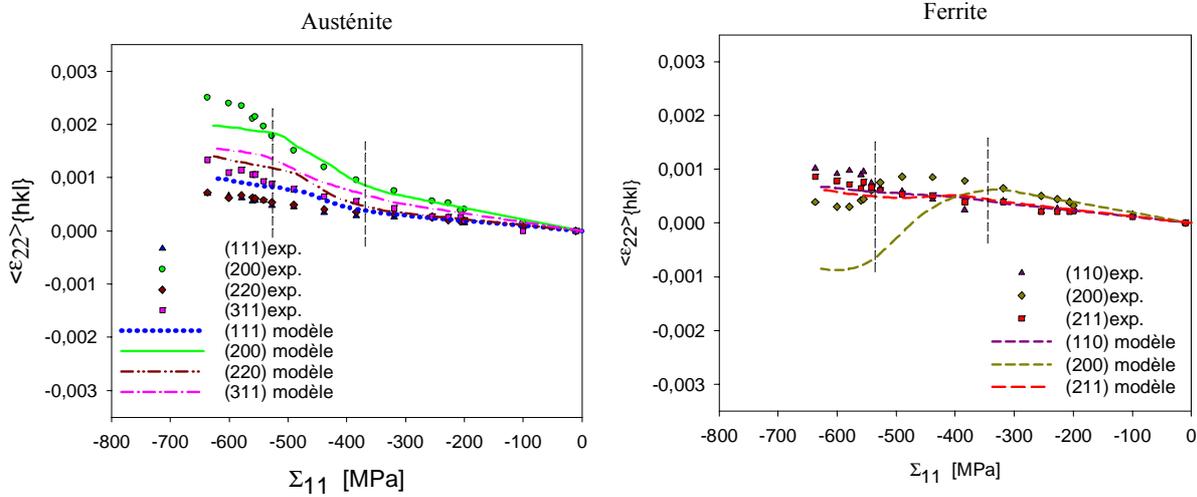
**Fig 5.13.** Les déformations élastiques parallèles ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) **(a)** et perpendiculaires ( $\langle \varepsilon_{22} \rangle_{\{hkl\}}$  et  $\langle \varepsilon_{33} \rangle_{\{hkl\}}$ ) **(b)** et **(c)** à l'axe de chargement (DT) de **compression** en fonction de la contrainte appliquée  $\Sigma_{11}$  (points expérimentaux), pour différentes familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$ , sont comparées aux résultats du modèle auto-cohérent (lignes). La texture cristallographique de l'acier à l'état hypereffluant (Fig 4.3) et les contraintes résiduelles initiales déterminées par la DRX (Tableau 5.3) sont utilisées dans les calculs.



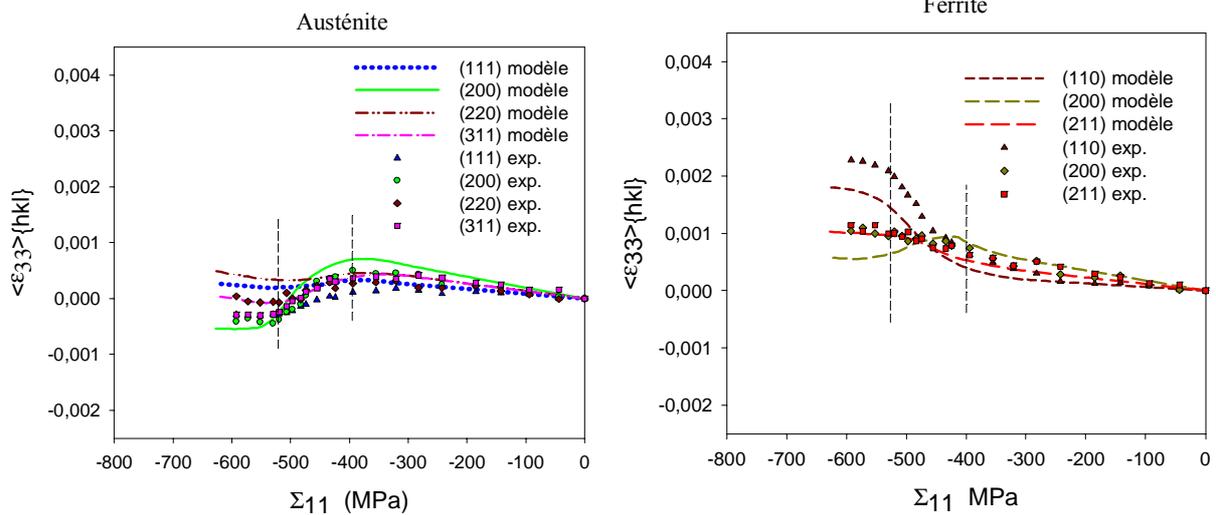
**Fig 5.14.** Confrontation des résultats obtenus par la diffraction des neutrons aux résultats du modèle auto-cohérent similaire à celle de la figure 5.11, mais dans ce cas la texture cristallographique de l'acier à l'état hypertrempé mesurée par la diffraction des neutrons (Fig 5.3) est utilisée dans les calculs (contraintes résiduelles initiales du tableau 5.3).



a)

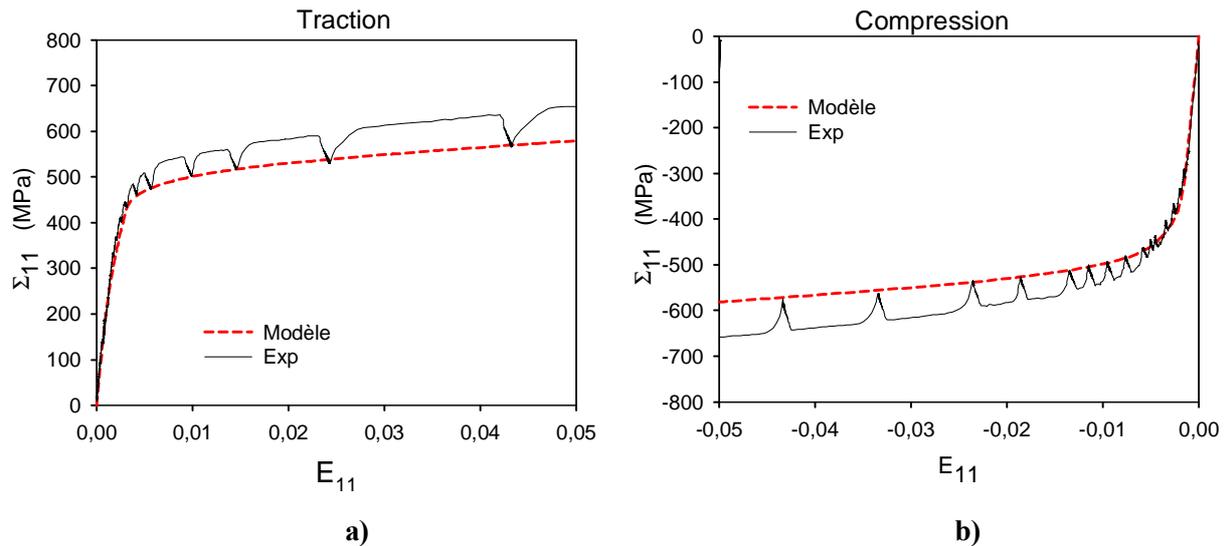


b)



c)

**Fig 5.15.** Confrontation des résultats obtenus par la diffraction des neutrons aux résultats du modèle auto-cohérent similaire à celle de la figure 5.12, mais dans ce cas la texture cristallographique de l'acier à l'état hypertempéré mesurée par la diffraction des neutrons (Fig 5.3) est utilisée dans les calculs (contraintes résiduelles initiales du tableau 5.3).



**Fig 5.16.** Les courbes de traction ( $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}$ ) sont comparées aux résultats du modèle pour les essais de traction (a) et de compression (b). La texture cristallographique de l'acier à l'état hypertrempe (Fig 4.3) et les contraintes résiduelles initiales déterminées par la DRX (Tableau 5.2) sont utilisées dans les calculs. Le chargement est appliqué selon la direction DT.

	Diffraction des neutrons				DRX (Chap 4)
	Texture mesurée par la diffraction des neutrons		Texture mesurée par DRX		Texture mesurée par DRX
	Traction	Compression	Traction	Compression	Traction
$\tau_c^0(\gamma)$ (MPa)	140	125	140	120	120
$\tau_c^0(\alpha)$ (MPa)	220	210	220	200	245
$H(\gamma)$ (MPa)	200	200	200	200	200
$H(\alpha)$ (MPa)	120	120	120	120	80
$\sigma_e$ (0,2% él) ( $\gamma$ ) Microscopique (MPa)	420		415		370
$\sigma_e$ (0,2% él) ( $\alpha$ ) Microscopique (MPa)	530		520		620

**Tableau 5.4.** Paramètres de la déformation plastique de l'acier UR45N déterminés pour les essais de traction et de compression selon la direction DT. Les contraintes résiduelles initiales déterminées par la DRX sont utilisées dans les calculs. Les limites d'élasticité de la ferrite et de l'austénite sont également déterminées pour chaque phase individuellement.

L'écart constaté entre les résultats expérimentaux et théoriques peut être dû à plusieurs raisons. La première raison est l'hétérogénéité de la texture à travers la tôle de l'acier laminé à chaud. Comme montré sur les Figs 4.3 et 5.3, le même type de texture mais différentes valeurs d'intensités ont été constatées dans les Fdoc pour différents volumes étudiés. Ces textures ont été déterminées en surface par DRX (dans le centre de l'éprouvette de traction Fig 4.4) et en volume par diffraction des neutrons (pour un grand nombre de grains à l'intérieur d'un cube similaire à celui de la Fig 4.14 ([Bac,04a])). Les volumes dans lesquels les déformations élastiques ont été mesurées ne correspondent pas à ceux dans lesquels les textures ont été déterminées. La variation de l'intensité de la texture à travers l'éprouvette influence légèrement les valeurs des paramètres de plasticité des phases (Tableau 5.4). Mais, globalement, le meilleur accord de prédiction du modèle avec les données expérimentales est obtenu en introduisant la texture déterminée par la diffraction des neutrons. En effet, par exemple dans la figure 5.12-c et en utilisant la texture cristallographique déterminée par la DRX, on trouve un bon accord modèle/expérience pour la ferrite dans la gamme de déformation plastique pour une seule raie de diffraction ( $\{211\}$ ) parmi les trois analysées. Cependant, et en utilisant la texture déterminée par la diffraction des neutrons dans la figure 5.14-c, l'accord modèle/expérience est obtenu pour deux raies, pour la phase ferritique ( $\{110\}$  et  $\{200\}$ ), parmi les trois analysées. Aucune différence notable de l'effet des deux textures n'a été observée dans les déformations élastiques selon la direction de chargement. Ceci est expliqué dans le paragraphe suivant.

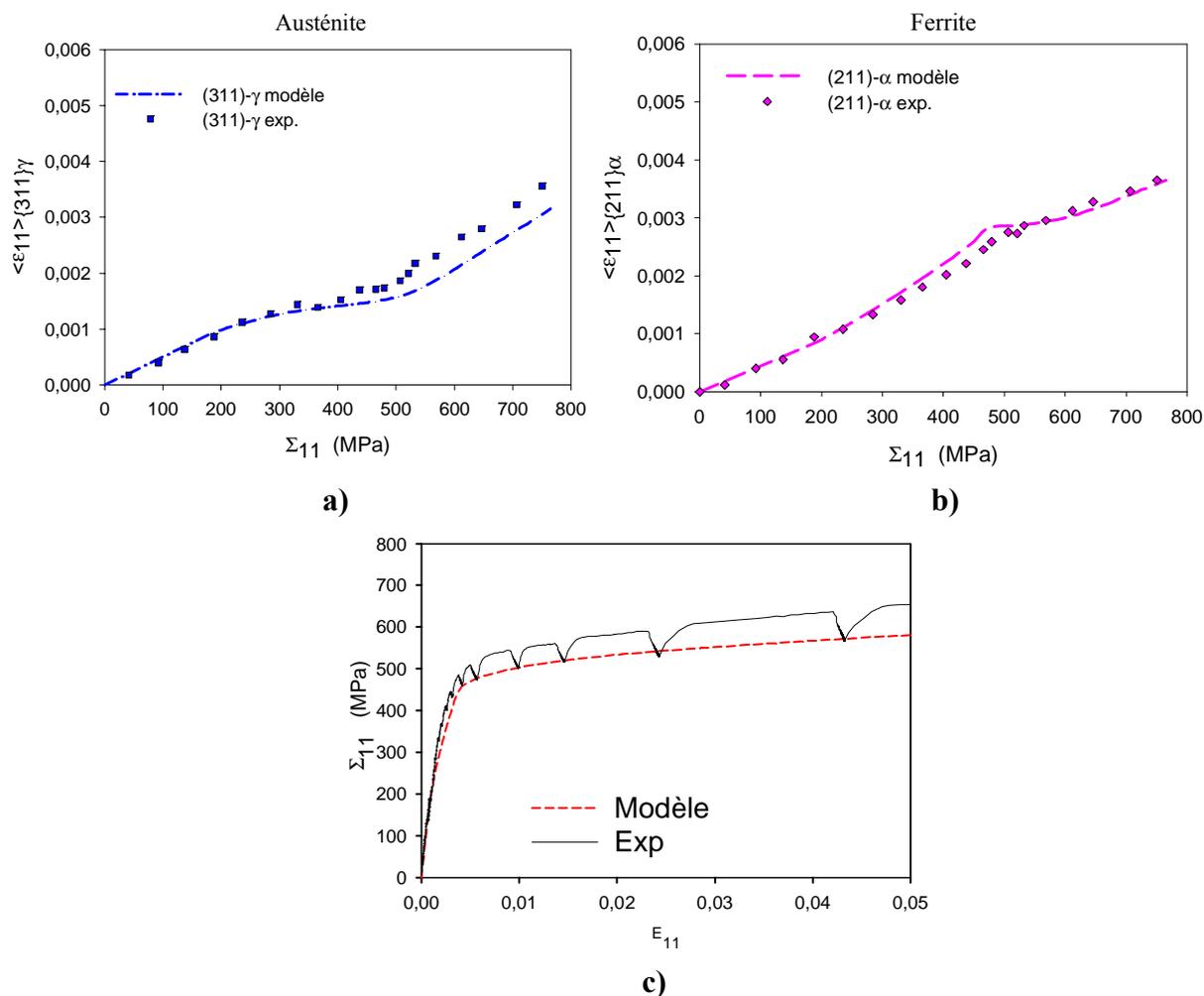
Une autre raison de l'écart expérience/modèle obtenu, et qui représente à notre avis la raison la plus importante, est que les contraintes dans les grains pour l'échantillon à l'état initial ne peuvent pas être déterminées avec précision. Les contraintes déterminées par DRX contiennent une faible composante macroscopique selon la direction normale qui pourrait varier à travers l'éprouvette (Tableau 5.2). Les contraintes initiales dans les phases de l'acier peuvent également être différentes pour différents volumes étudiés. Les calculs ont été effectués en supposant une relaxation totale des contraintes  $\sigma_{33}^{ph}$ . Enfin, les contraintes dans les grains varient d'un grain à l'autre à l'intérieur de chaque phase et cet effet n'est pas pris en considération dans les calculs. Donc, on peut conclure que les valeurs des contraintes résiduelles obtenues sont certes très proches des valeurs réelles des contraintes dans les phases, mais les valeurs exactes sont difficiles à obtenir et leur variation peut changer considérablement les prédictions du modèle auto-cohérent.

Malgré les différentes limitations expérimentales signalées tout au long des paragraphes précédents et en dépit de l'état mécanique complexe du matériau étudié, l'accord entre l'expérimentation et le modèle auto-cohérent est très satisfaisant et un grand nombre de nouvelles conclusions concernant le comportement mécanique de l'acier austéno-ferritique ont pu être dégagées.

Si l'on compare les paramètres de plasticité des deux phases obtenus dans ce chapitre et dans le chapitre précédent, en utilisant les deux différentes techniques de diffraction et en tenant compte des contraintes résiduelles initiales, on constate que globalement il y a un bon accord entre les résultats. En effet, en utilisant les deux techniques de diffraction, la phase austénitique représente toujours la phase la moins dure tandis que la phase ferritique représente la phase la plus dure (Tableau 5.4).

Si l'on analyse les résultats de la répartition des déformations élastiques dans l'austénite et la ferrite pour les deux raies de diffraction particulières  $\{311\}$  et  $\{211\}$  et en introduisant dans les calculs les paramètres de plasticité déjà obtenus dans le chapitre 4 par DRX (Tableau 4.8), on constate un bon accord expérience/modèle (Fig 5.17). Cependant, en adaptant au mieux le modèle auto-cohérent avec les sept familles de plans réticulaires étudiées simultanément (Fig 5.14), une différence des paramètres de plasticité, obtenues par diffraction des neutrons, par rapport à ceux obtenus par DRX (Tableau 5.4) a été obtenue. Dans le chapitre 4, on a observé également qu'on a obtenu un bon accord entre les résultats de répartitions des contraintes par DRX, pour une raie pour chacune des phases ( $311\text{-}\gamma$  et  $211\text{-}\alpha$ ), et les résultats, sur la même coulée d'acier, obtenus par la diffraction neutronique sur une raie par phase également ( $111\text{-}\gamma$  et  $110\text{-}\alpha$ ). Ces résultats montrent que l'utilisation de deux raies de diffraction seulement dans l'analyse des résultats de diffraction par le modèle auto-cohérent peut fournir des résultats différents de ceux obtenus en effectuant l'analyse sur un plus grand nombre de raies simultanément, et en introduisant des raies qui présentent plus d'anisotropie (comme les raies  $200\text{-}\gamma$  et  $200\text{-}\alpha$ ).

Cette légère différence dans les valeurs des cisssions critiques et des paramètres d'écrouissage des phases, entre les résultats des deux techniques utilisées, peut être due à différentes raisons. La plus importante est liée au volume étudié par la diffraction au cours des essais mécaniques. En effet, le volume étudié par la diffraction des neutrons est d'environ 500 fois plus grand que celui étudié par la DRX et l'information obtenue par la diffraction des neutrons intègre la réponse mécanique d'un grand nombre de grains noyés dans le matériau. La deuxième raison est que l'information obtenue, ici, par la DRX représente la réponse d'une seule raie de diffraction par phase. Cependant, plusieurs raies de diffraction ont été étudiées par la diffraction des neutrons (Figs 5.7 et 5.8). La difficulté de la détermination des valeurs réelles des contraintes résiduelles initiales dans chacune des phases s'ajoute à ces différentes sources d'écart expérience/modèle.

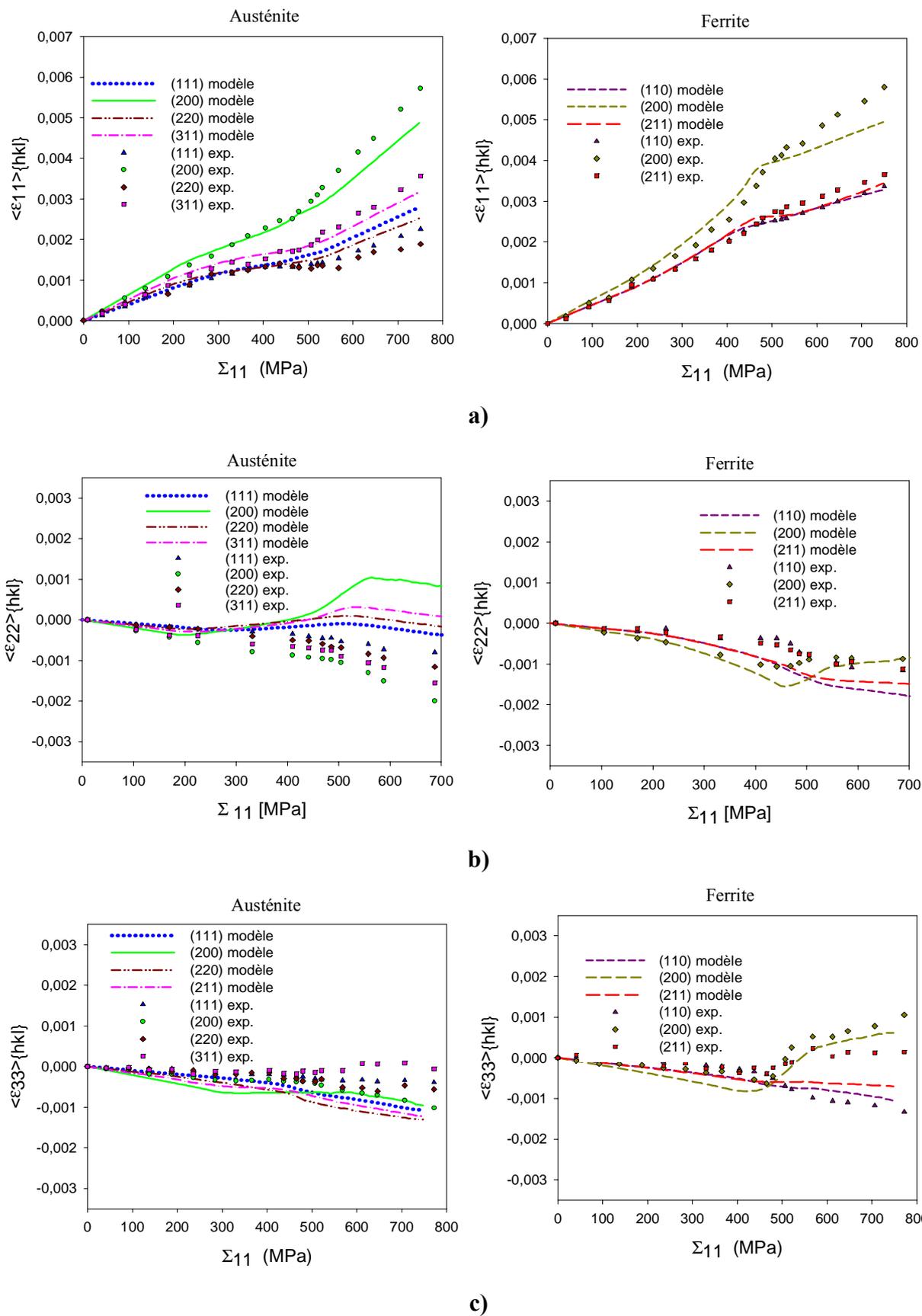


**Fig 5.17.** Comparaison des résultats obtenus par la diffraction des neutrons ((a) famille de plan 311- $\gamma$  et (b) 211- $\alpha$ ) aux résultats du modèle auto-cohérent en utilisant les paramètres de plasticité obtenus à partir des résultats de DRX du tableau 4.8. (Contraintes résiduelles initiales du tableau 5.2). c) La courbe de traction ( $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}$ ) est comparée aux résultats du modèle pour les mêmes paramètres de plasticité utilisés dans (a) et (b).

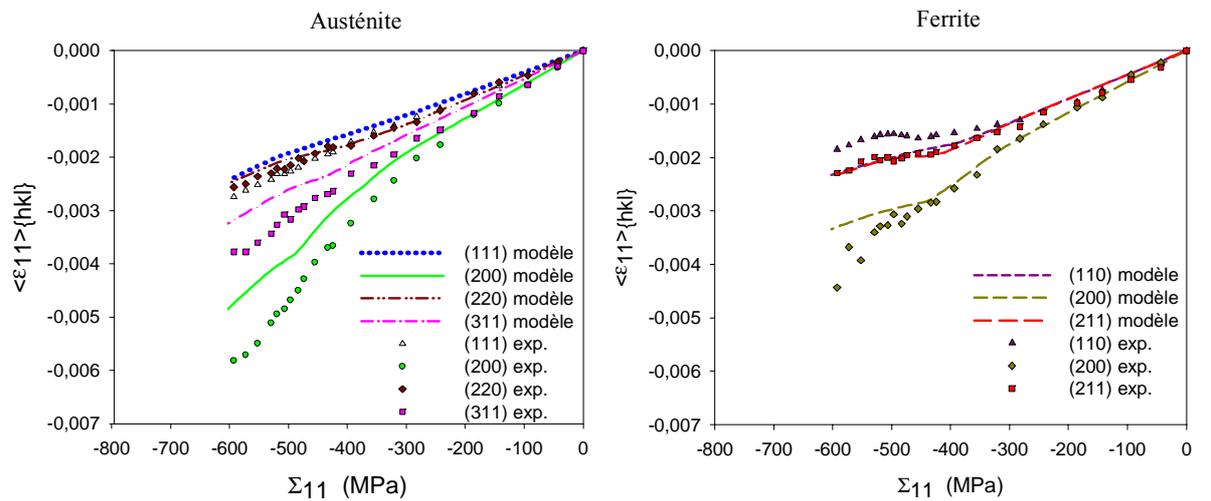
Une analyse des résultats expérimentaux, obtenus dans ce chapitre par la diffraction neutronique et obtenus par DRX dans le chapitre précédent, à l'aide des modèles théoriques les plus simples (Reuss-Sachs et Voigt-Taylor) est présentée et discutée dans l'annexe A5.

### 5.3.2.2. Effet de la texture cristallographique sur les propriétés des phases

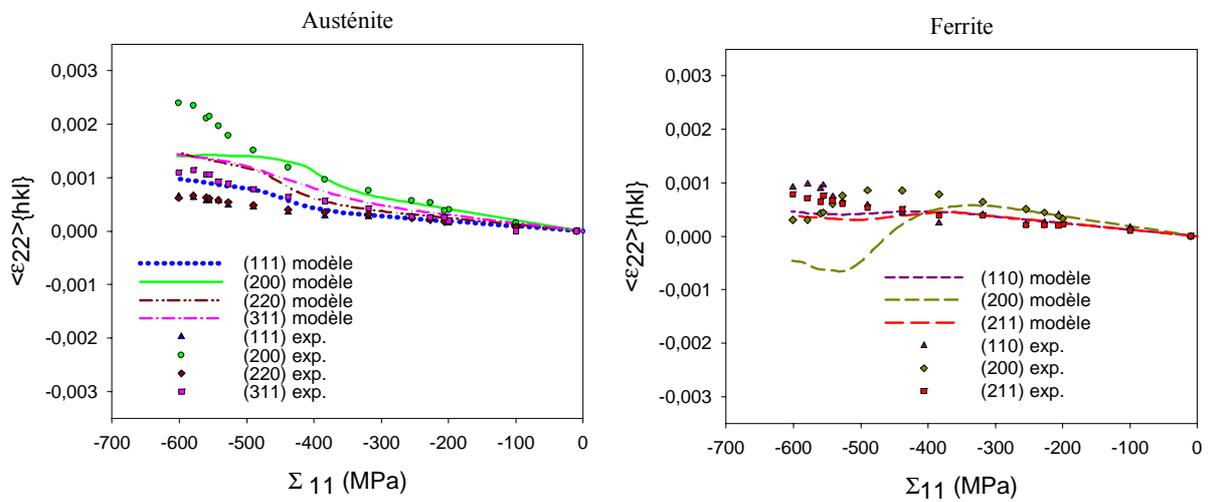
Au paragraphe précédent, il a été montré qu'aucune différence notable n'a été observée dans les déformations élastiques prédites par le modèle en introduisant les  $F_{doc}$  déterminées par deux techniques de diffractions (DRX et diffraction des neutrons). Nous allons, ici, tenter de mettre en évidence l'effet de la présence de texture cristallographique, dans l'acier austéno-ferritique, sur la répartition des déformations élastiques au cours du chargement uniaxial. Pour cela et afin de simuler approximativement un acier polycristallin isotrope, des calculs sont effectués en supposant que les grains austénitiques et ferritiques admettent des orientations aléatoires. Les contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX sont introduites dans ces calculs.



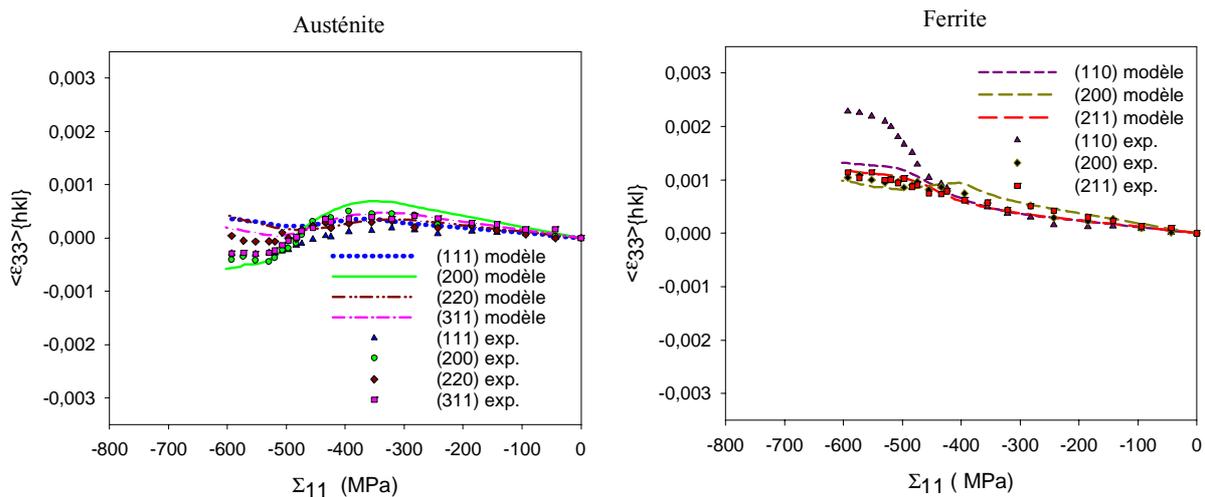
**Fig 5.18.** Confrontation des résultats obtenus par la diffraction des neutrons aux résultats du modèle auto-cohérent similaire à celle de la figure 5.12, mais dans ce cas une texture cristallographique aléatoire est utilisée dans les calculs (contraintes résiduelles initiales du tableau 5.2). Essai de traction.



a)



b)



c)

**Fig 5.19.** Confrontation des résultats obtenus par la diffraction des neutrons aux résultats du modèle auto-cohérent similaire à celle de la figure 5.13, mais dans ce cas une texture cristallographique aléatoire est utilisée dans les calculs (contraintes résiduelles initiales du tableau 5.2). Essai de compression.

Si l'on examine les résultats des déformations axiales  $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$  obtenus pour la traction et la compression (Figs 5.18.a et 5.19.a) et en les comparant aux résultats obtenus précédemment (5.12.a et 5.13.a), on peut constater qu'aucune différence notable n'a été obtenue par le modèle. Cependant, de si larges écarts entre expérience et modèle apparaissent globalement sur les déformations élastiques perpendiculaires à l'axe de chargement ( $\langle \varepsilon_{22} \rangle_{\{hkl\}}$  et  $\langle \varepsilon_{33} \rangle_{\{hkl\}}$ ) (Figs 5.18.b-c et 5.19.b-c). L'écart entre le modèle et l'expérience dans la gamme de déformations plastiques est plus important, pour la plupart des plans réticulaires analysés, quand des orientations aléatoires des grains sont supposées dans les calculs.

Les deux directions de mesures perpendiculaires à l'axe de chargement sont donc plus sensibles à la texture cristallographique que la direction axiale. En effet, les déformations  $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$  sont mesurées dans la direction de chargement de traction ou de compression et, pour tous les grains diffractants, une même cission critique est appliquée (car ils admettent une même valeur moyenne du facteur de Schmid dans les différents systèmes de glissement). La mesure ne sera donc pas sensible à la statistique des grains pour lesquels le vecteur de diffraction (normal aux plans diffractants) est parallèle à la direction de chargement mécanique. Par conséquent, les déformations  $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$  ne seront pas sensibles à la texture cristallographique des grains qui participent à la diffraction. Ainsi, les paramètres de plasticité des phases ne sont pas très sensibles à la texture cristallographique de l'acier austéno-ferritique étudié dans le cas des analyses par diffraction neutronique. Ceci confirme la similitude des résultats de prédiction obtenus en introduisant les textures déterminées par DRX et par diffraction neutronique.

Dans les deux autres directions de mesure des déformations élastiques, les vecteurs de diffraction des grains diffractants (qui n'ont pas dans ce cas le même facteur de Schmid) ne sont pas parallèles à la direction de chargement (cf. Fig 5.1). Le comportement de ces grains diffractants sera donc très différent d'un grain à l'autre à cause de leurs différentes orientations par rapport à la direction de chargement de traction ou de compression. C'est pourquoi la réponse de  $\langle \varepsilon_{22} \rangle_{\{hkl\}}$  et de  $\langle \varepsilon_{33} \rangle_{\{hkl\}}$  sera très sensible à la texture cristallographique et donc la non prise en compte de cette texture cristallographique dans les calculs augmentera l'écart entre les mesures et les résultats du modèle auto-cohérent (cf. Figs 5.18.b,c ; 5.19 b,c ; 5.12.b,c et 5.13.b,c).

### 5.3.2.3. Effet de l'anisotropie élastique sur les propriétés des phases

L'anisotropie élastique joue deux rôles simultanés au cours d'un chargement mécanique. D'une part, elle contribue à l'anisotropie de la déformation élastique entre les différents plans réticulaires au cours du chargement. D'autre part, elle joue un rôle important dans la génération des contraintes de second ordre (cf. [Wro,06] où sont montrées des résultats d'estimation quantitative des contraintes d'incompatibilité plastique de second ordre obtenus lors de la

détermination des contraintes résiduelles sur des éprouvettes de traction et de compression après la décharge finale ( $\Sigma \rightarrow 0$ ) de la même coulée d'acier UR45N utilisée dans ce travail). Le bon succès de la validation du modèle auto-cohérent élastoplastique présenté dans les paragraphes précédents est exploité, ici, afin de mettre en évidence l'influence de l'anisotropie élastique dans la répartition des déformations dans chacune des phases.

Afin de mettre en évidence l'influence de l'anisotropie élastique, la réponse d'un polycristal théorique composé de grains isotropes (cas fictif) est comparée à celle du comportement de l'acier austéno-ferritique ayant des cristallites anisotropes (cas réel). Dans le cas du matériau polycristallin « fictif » composé de cristaux isotropes, les résultats de prédiction de l'évolution des déformations élastiques  $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$  et des contraintes moyennes  $\langle \sigma_{11} \rangle_{\{hkl\}}$  des grains diffractants, au cours du chargement de traction, sont représentés sur la figure 5.20 et sont comparés aux prédictions obtenues pour l'acier austéno-ferritique anisotrope étudié dans ce travail (Fig 5.21). La seule différence entre les deux calculs pour la figure 5.20 et la figure 5.21 est, donc, l'utilisation de constantes d'élasticité isotropes (Tableau 5.5) et anisotropes (Tableau 4.1), respectivement. La texture cristallographique déterminée par DRX est introduite dans ces calculs et les contraintes résiduelles initiales sont supposées nulles.

	<b>Austénite</b>	<b>Ferrite</b>
<b>Module de cisaillement (GPa)</b>	75	82
<b>Coefficient de Poison</b>	0,3	

**Tableau 5.5.** Constantes d'élasticité isotropes de l'austénite et de la ferrite

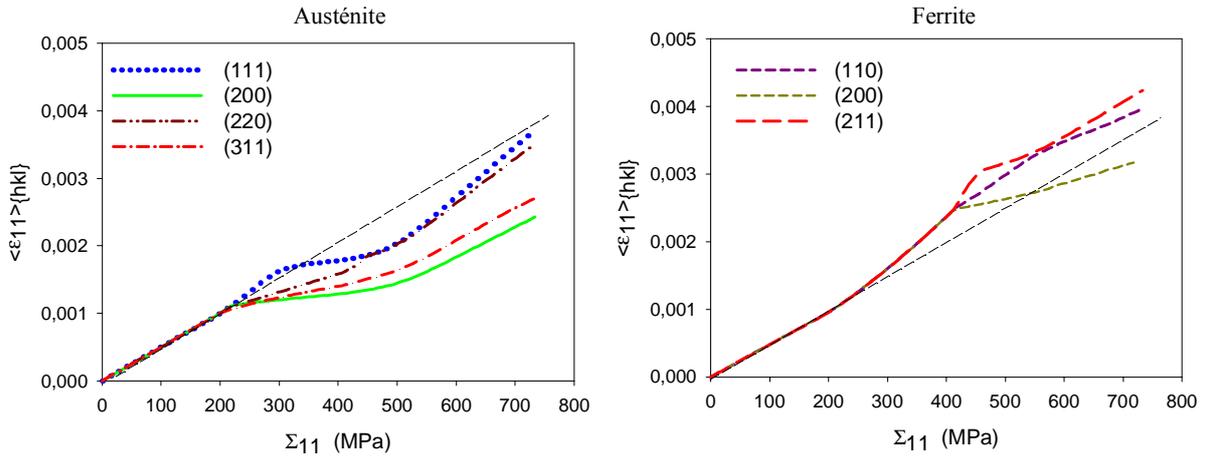
Si l'on analyse les résultats de prédictions dans le cas de l'utilisation de constantes d'élasticité anisotropes (Fig 5.21.a), et comme il a été montré précédemment, que ce soit expérimentalement ou théoriquement, la famille de plans réticulaires  $\{200\}$  étant la moins rigide parmi les familles de plans considérées, manifeste les plus grandes déformations élastiques durant le chargement. Les autres familles, étant plus rigides, sont moins déformées durant le chargement de traction. Toutes les familles de plans  $\{hkl\}$  se plastifient quasiment pour un même chargement macroscopique appliqué  $\Sigma_{11}$  (Seuils  $\Gamma$  et  $\Omega$  dans Fig 5.12a), pour passer du domaine élastique au domaine plastique dans les deux phases.

La non prise en compte de l'anisotropie élastique change complètement la répartition des contraintes pour les familles de plans des deux phases (Fig 5.20). Dans ce cas, tous les plans ont exactement la même rigidité et la différence des répartitions des déformations élastiques des différents plans réticulaires sont donc dues seulement à l'anisotropie plastique (c'est à dire à l'anisotropie du glissement plastique et à la formation de texture cristallographique) (Fig 5.20.a). Les plus grandes déformations de traction sont observées dans ce cas pour la famille de plans réticulaires  $\{111\}$  dans l'austénite et  $\{110\}$  et  $\{211\}$  dans la ferrite. Ainsi, ces familles encaissent plus de contraintes quand les autres familles se plastifient et ont donc les limites

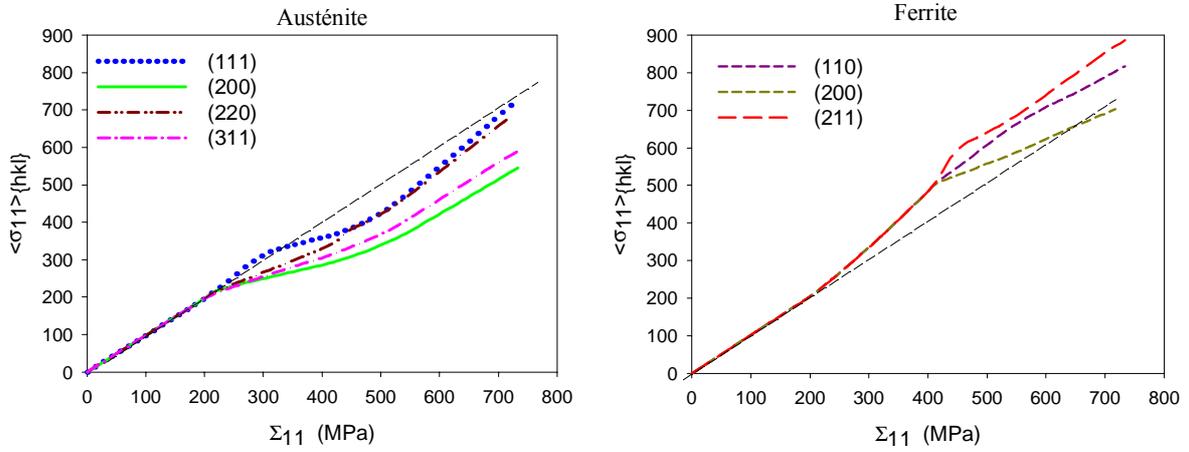
d'élasticité les plus élevées (Fig 5.20). D'autre part, la famille  $\{200\}$  encaisse le moins de contraintes. Elle représente la famille de plans réticulaires la plus ductile dans les deux phases. Ce constat est confirmé dans la figure 5.20.b, surtout dans la phase austénitique. Un agrandissement des domaines de plastification des phases, dans les figures 5.20.a et 5.21.b, est reporté dans l'annexe A6.

Le retard du début de plastification, par exemple, pour la famille de plan  $\{111\}$  dans l'austénite par rapport aux autres plans réticulaires est dû à l'orientation de ces plans par rapport à la direction de chargement de traction. Un des quatre plans de glissement d'une maille CFC d'austénite  $(1\bar{1}1)$  ainsi que les trois directions de glissement correspondantes ( $[110]$ ,  $[\bar{1}01]$ ,  $[011]$ ) sont présentés (Fig 5.22). Nous pouvons observer que la direction de traction  $[1\bar{1}1]$  normale au plan  $(1\bar{1}1)$ , qui est également parallèle au vecteur de diffraction pendant les mesures de  $\langle \epsilon_{11} \rangle_{\{111\}}$ , n'a pas de composante de cisailage dans le plan  $(1\bar{1}1)$ . Il n'y aura donc pas de glissement possible pour cette direction de traction. Ainsi, pour la famille  $\{111\}$ , et dans la direction de chargement en traction étudiée (DT), on a un système de glissement qui ne sera jamais actif, ce qui n'est pas le cas pour les autres familles de l'austénite. Cette analyse peut donc expliquer le retard de plastification observé pour le plan réticulaire  $(111)$  par rapport aux autres plans. Une analyse similaire peut être effectuée pour la ferrite afin d'analyser le retard de plastification du plan réticulaire  $(110)$ .

Cette analyse montre donc que la famille  $\{111\}$  n'est pas favorablement orientée pour le glissement. D'autre part, elle fait partie des directions les plus rigides et encaisse le plus de contraintes dans le domaine de déformation élastique. Les cristaux ayant l'axe de traction parallèle aux directions  $[200]$  sont orientés plus favorablement pour le glissement, mais tendent à encaisser le moins de contraintes car ils sont parmi les directions les moins rigides (Fig 5.21.b).



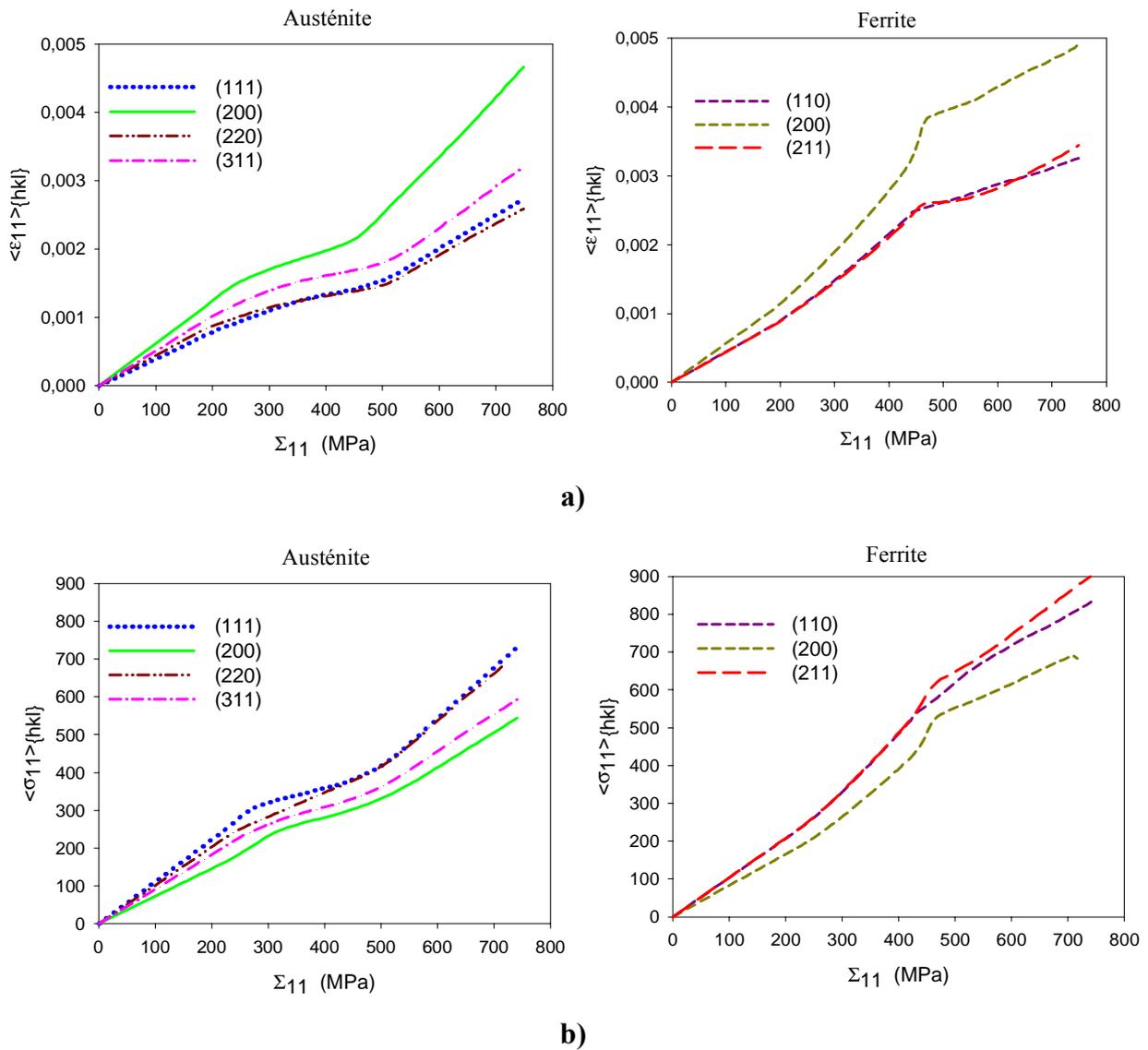
a)



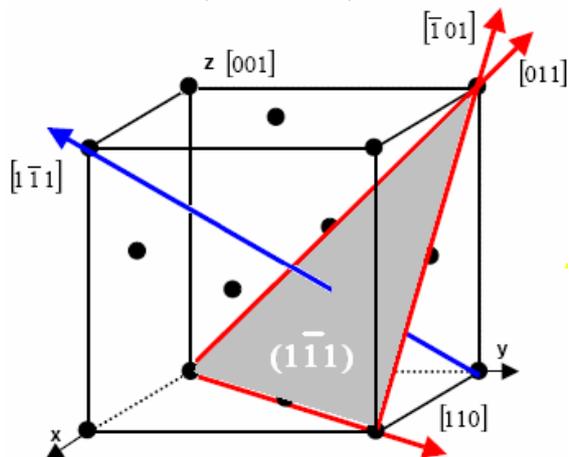
b)

**Fig 5.20.** Déformations élastiques ( $\langle \epsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) (a) et contraintes  $\langle \sigma_{11} \rangle_{\{hkl\}}$  (b) pour chaque familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$ . Les calculs sont effectués en introduisant des constantes élastiques isotropes (Tableau 5.5)

En conclusion, cette étude par le modèle auto-cohérent élastoplastique montre que l'influence de l'anisotropie plastique dans la répartition des contraintes dans l'austénite et dans la ferrite est compensée par l'anisotropie élastique. Une compétition entre l'anisotropie élastique et l'anisotropie plastique est à l'origine du fait que tous les plans réticulaires entrent en plasticité pour quasiment un même niveau de chargement macroscopique  $\Sigma_{11}$  et pour des contraintes  $\langle \sigma_{11} \rangle_{\{hkl\}}$  différentes d'une famille à l'autre, que ce soit dans l'austénite ou dans la ferrite (Figs 5.21 et A6.1-2 dans l'annexe A6).



**Fig 5.21** Déformations élastiques ( $\langle \epsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) a) et contraintes  $\langle \sigma_{11} \rangle_{\{hkl\}}$  b) dans chaque familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$ . Les calculs sont effectués en introduisant des constantes élastiques anisotropes (Tableau 4.1).



**Fig 5.22.** Maille CFC de l'austénite

## 5.4. Conclusion

Les niveaux des contraintes résiduelles du matériau non déformé déterminées dans les deux phases en utilisant la DRX, pour trois sections orthogonales, ont été confirmés par la diffraction des neutrons en utilisant la technique de temps-de-vol et la méthode de la « multi-réflexion ». En comparant l'évolution, au cours d'un chargement de traction ou de compression uniaxial, des déformations élastiques mesurées par la méthode de diffraction des neutrons de temps-de-vol avec les résultats du modèle auto-cohérent, il a été montré que l'anisotropie du comportement des grains polycristallins peut être prédite quand des constantes d'élasticité anisotropes sont introduites et quand les contraintes résiduelles initiales ainsi que la texture cristallographique sont prises en compte dans les calculs.

Les limites d'élasticité des deux phases ne sont pas affectées seulement par la différence des cissions critiques dans les cristaux mais également par les contraintes résiduelles initiales présentes dans le matériau non déformé. En raison de la superposition des contraintes initiales aux contraintes appliquées, les seuils correspondant aux limites d'élasticité des phases sont différents dans les essais de traction et de compression. Un bon accord quantitatif entre les résultats théoriques et expérimentaux a été obtenu pour les petites déformations élastoplastiques (surtout dans le domaine de déformation purement élastique). Cependant, une correspondance qualitative est obtenue dans le régime des déformations les plus grandes. Les seuils caractéristiques tracés sur les graphes expérimentaux ont permis de déterminer les paramètres qui décrivent la déformation plastique dans chacune des phases de l'acier austéno-ferritique. Le modèle auto-cohérent élastoplastique est limité par l'hypothèse que chaque grain interagit avec un milieu effectif ayant les propriétés moyennes de tous les grains. En effet, dans un matériau réel, la réponse de chaque grain est strictement dépendante des propriétés du voisinage immédiat. Cependant, cette hypothèse permet tout de même d'obtenir un calcul rapide des contraintes et des déformations.

En introduisant les contraintes résiduelles initiales comme données dans les calculs, l'asymétrie du comportement plastique des phases a été analysée et expliquée. L'influence des contraintes résiduelles initiales sur le comportement plastique des deux phases de l'acier inoxydable austéno-ferritique a donc été mise en évidence dans ce chapitre. La phase ferritique est initialement plus dure que l'austénite et sa cission critique initiale est plus élevée. Cet effet ne pourrait pas être observé sans faire de mesures de déformations élastiques correspondant à différentes familles de plans réticulaires dans les deux phases durant des essais « *in situ* » de traction et de compression. En effet, des essais de traction macroscopique ou des mesures de la déformation élastique durant un seul mode de déformation ne pourront pas fournir des informations suffisantes pour distinguer l'effet des contraintes initiales dans le matériau non déformé.

L'utilisation du modèle auto-cohérent élastoplastique nous a permis d'analyser l'effet de la présence de la texture cristallographique et l'influence de l'anisotropie élastique sur le comportement de chacune des phases austénitique et ferritique.

# Chapitre 6

## Effet du vieillissement et de la composition chimique sur le comportement des phases de l'acier inoxydable austéno-ferritique

### 6.1. Introduction

Dans les chapitres précédents, la méthodologie présentée et utilisée pour analyser le comportement mécanique des phases d'un acier austéno-ferritique a montré sa pertinence dans l'interprétation des différents résultats expérimentaux obtenus par les techniques de diffraction. Tous les résultats, pour une même nuance d'acier duplex UR45N, obtenus par deux différentes techniques de diffraction (DRX et la diffraction neutronique) étaient en accord. La différence du comportement mécanique des phases due à leur différence de cissions critiques ainsi qu'aux contraintes résiduelles initiales a été bien établie.

Au-delà de la présentation et de la validation de la méthodologie proposée, un autre but principal de cette thèse est de l'exploiter pour différentes applications, en analysant l'influence de la composition chimique ainsi que le vieillissement thermique à basse température sur le comportement élastoplastique des différentes phases, en utilisant les méthodes de diffraction et la modélisation auto-cohérente. On s'intéressera dans ce chapitre au comportement mécanique des phases en étudiant différentes coulées de l'acier austéno-ferritique ayant différentes compositions chimiques. L'influence d'un vieillissement thermique à basse température (400°C) pendant 1000h sur les propriétés mécaniques de l'acier étudié sera analysée et discutée.

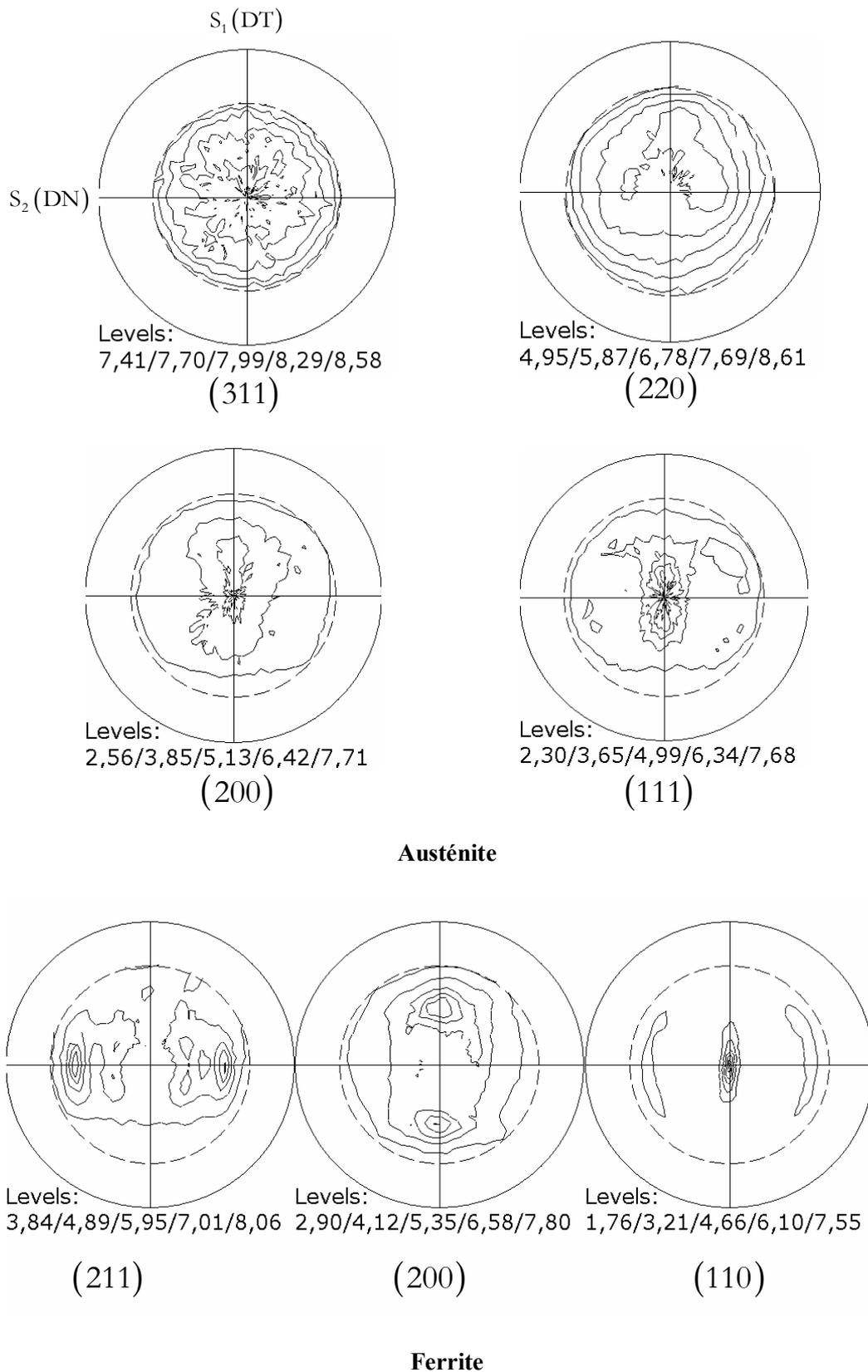
### 6.2. Influence de la composition chimique sur les propriétés mécaniques des phases

Dans le but d'étudier l'influence de la composition chimique sur la dureté et les propriétés mécaniques des constituants de ce type d'aciers, les mêmes investigations expérimentales effectuées pour la nuance UR45N, par la DRX, ont été réalisées pour deux autres nuances de duplex couramment utilisées dans de larges secteurs industriels : les aciers UR35N et UR52N+. Le chargement de traction uniaxiale « *in situ* » sous diffractomètre DRX est appliqué selon la direction transverse pour un état de surface électropoli en profondeur. La composition chimique ainsi que les caractéristiques mécaniques des deux aciers sont présentées dans les

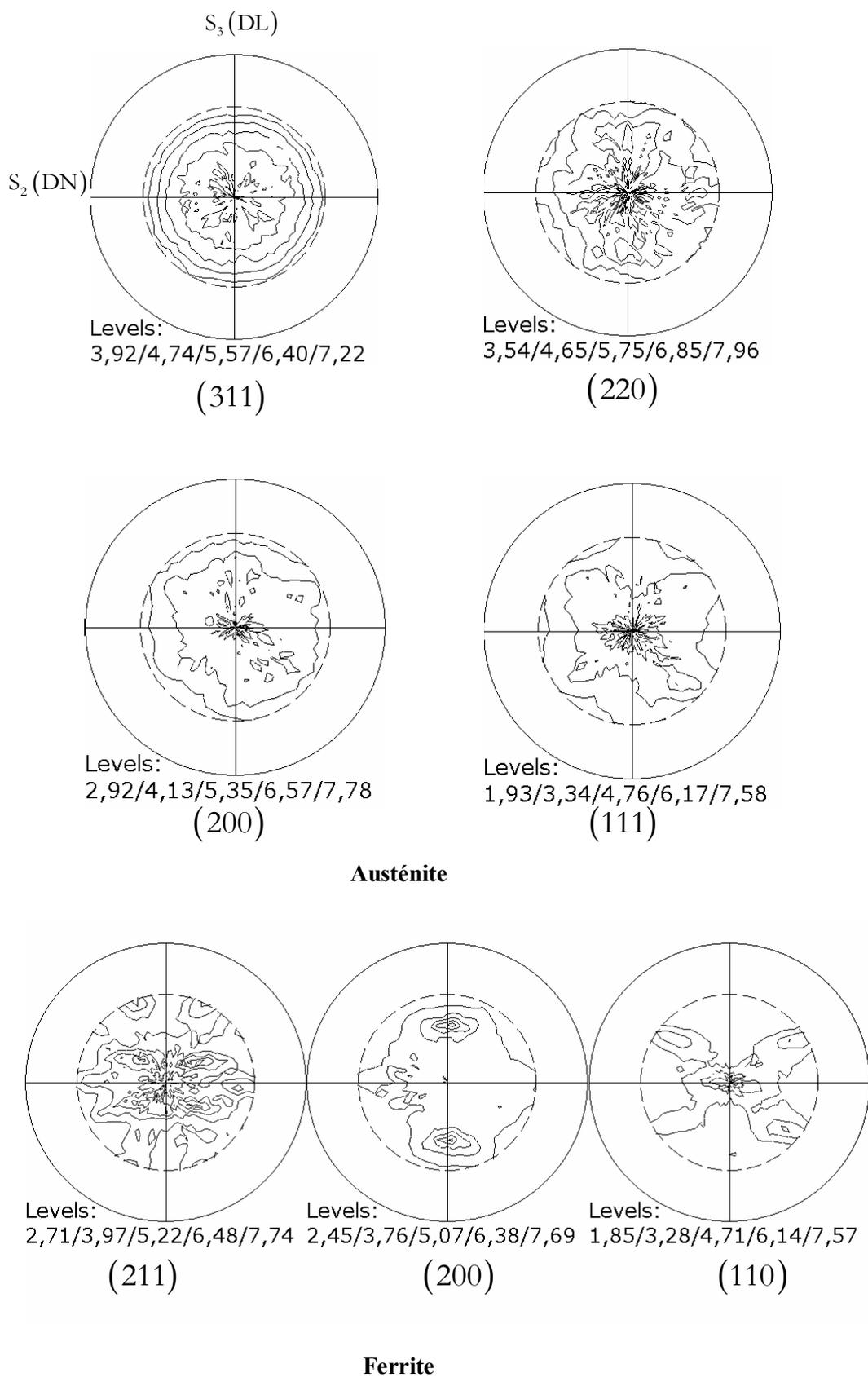
tableaux 3.1 et 3.2. L'un est plus dur que la nuance UR45N et l'autre est moins dur (Tableau 3.2). La microstructure des deux aciers ainsi que la taille des grains austénitiques et ferritiques sont similaires à celles de l'acier UR45N (Fig 3.1 et 3.2). Les trois aciers sont hypereutectés dans les mêmes conditions et diffèrent principalement par leurs teneurs en azote, chrome et molybdène.

### **6.2.1. Texture cristallographique**

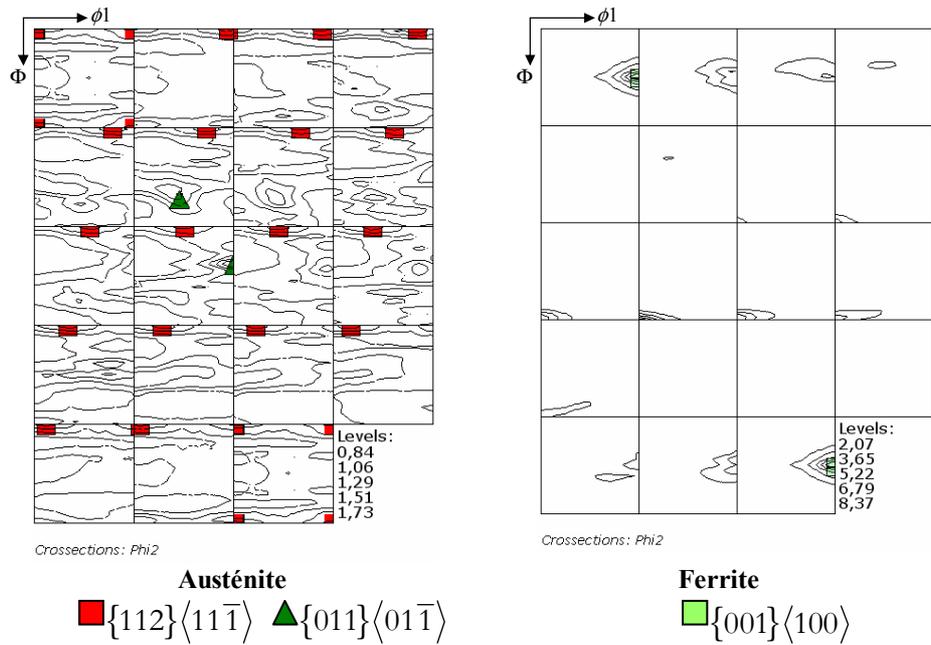
Les fonctions de distribution des orientations cristallines (Fdoc) des deux phases sont calculées à partir de sept figures de pôles de chacun des deux matériaux (Fig 6.1-4). On constate d'après ces Fdoc que les trois nuances d'aciers austéno-ferritiques étudiées ont des textures très similaires avec une phase ferritique plus texturée que la phase austénitique (Fig 4.2-3) et (Fig 6.3-4).



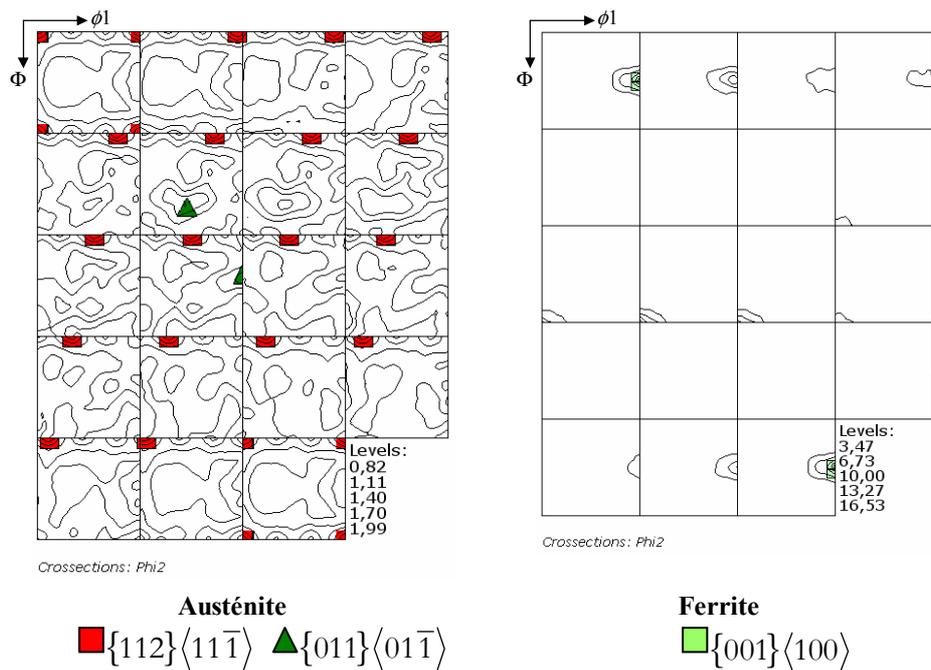
**Fig 6.1** Figures de pôles expérimentales de l'austénite et de la ferrite de la nuance UR35N.



**Fig 6.2.** Figures de pôles expérimentales de l'austénite et de la ferrite de la nuance UR52N+.



**Fig 6.3.** Fonction de distribution des orientations cristallines  $f(\phi_1, \Phi, \phi_2)$ , des deux phases de la nuance UR35N, déterminée par la DRX sur un diffractomètre Seifert. Les sections à travers l'espace d'Euler sont présentées pour l'austénite et la ferrite avec un pas régulier de  $5^\circ$  le long de l'axe  $\Phi_2 = \text{cte}$ .



**Fig 6.4.** Fonction de distribution des orientations cristallines  $f(\phi_1, \Phi, \phi_2)$ , des deux phases de la nuance UR52N+, déterminée par la DRX sur un diffractomètre Seifert. Les sections à travers l'espace d'Euler sont présentées pour l'austénite et la ferrite avec un pas régulier de  $5^\circ$  le long de l'axe  $\Phi_2 = \text{cte}$ .

## 6.2.2. Influence de la composition chimique sur la répartition des contraintes dans les phases

L'interprétation des résultats expérimentaux par DRX, de détermination de contraintes dans les phases des deux aciers UR35N et UR52N+, est effectuée en suivant la même procédure menée pour interpréter les résultats obtenus pour la nuance UR45N (cf. chapitre 4). Les CER sont calculées par l'approche auto-cohérente (paragraphe 1.3 et 1.6.3.3). L'influence de la texture cristallographique, de l'anisotropie du cristal et de la forme ellipsoïdale des inclusions est prise en considération dans l'analyse.

Si l'on analyse les résultats expérimentaux de la répartition des contraintes dans les phases des deux matériaux étudiés (UR35N et UR52N+), on trouve, comme pour la nuance UR45N, des contraintes dans la ferrite plus élevées que celles dans l'austénite lors du chargement en traction. L'effet de la composition chimique du matériau sur les limites d'élasticité des deux phases de l'acier duplex est clairement mis en évidence quand on compare les résultats des trois nuances étudiées (Figs 6.5-a, 4.16-a, et 6.6-a), qui sont présentés sur la même échelle. Le décalage des points caractéristiques  $\Gamma$  et  $\Omega$  vers les valeurs les plus élevées, indique une augmentation des limites d'élasticité des deux phases en passant de la nuance UR35N à la nuance UR45N et à la nuance UR52N+. L'évolution des limites d'élasticité des phases est confirmée par les courbes de traction de  $\Sigma_{11}$  en fonction  $E_{11}$  qui montrent une augmentation significative des limites d'élasticité macroscopiques (Fig 6.5-b), (Fig 4.10-b) et (Fig 6.6-b). Les contraintes résiduelles initiales axiales et transversales déterminées pour chacune des phases des nuances UR35N et UR52N+, sont présentées dans le tableau 6.1. On remarque que les contraintes dans ces deux aciers selon la direction transverse ( $\sigma_{11}^{ph}$ ) sont similaires à ceux obtenues pour la nuance UR45N. Cependant, elles sont relativement moins élevées, que celles obtenues pour l'acier UR45N, dans la direction normales ( $\sigma_{22}^{ph}$ ).

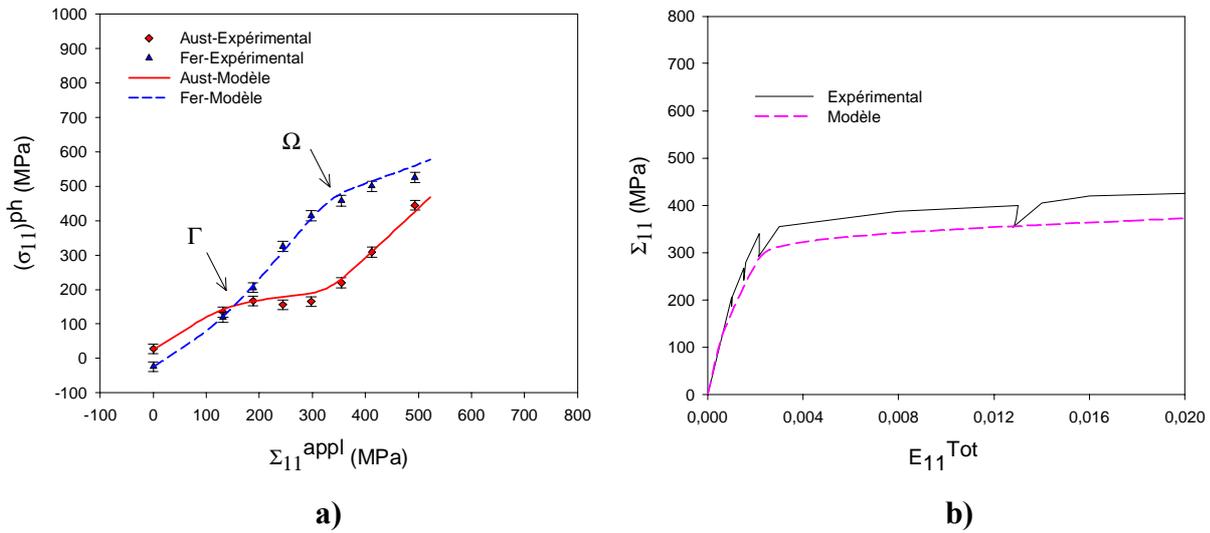
Acier duplex	Phase	$\sigma_{11}^{ph}$ (MPa)	$\sigma_{22}^{ph}$ (MPa)
UR35N (DC//DT)	austenite	27,6	-51,3
	ferrite	-24	7,3
UR52N+ (DC//DT)	austenite	37	-87
	ferrite	-54,8	59,5

**Tableau 6.1.** Contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX pour les deux phases des aciers UR35N et UR52N+ étudiés.

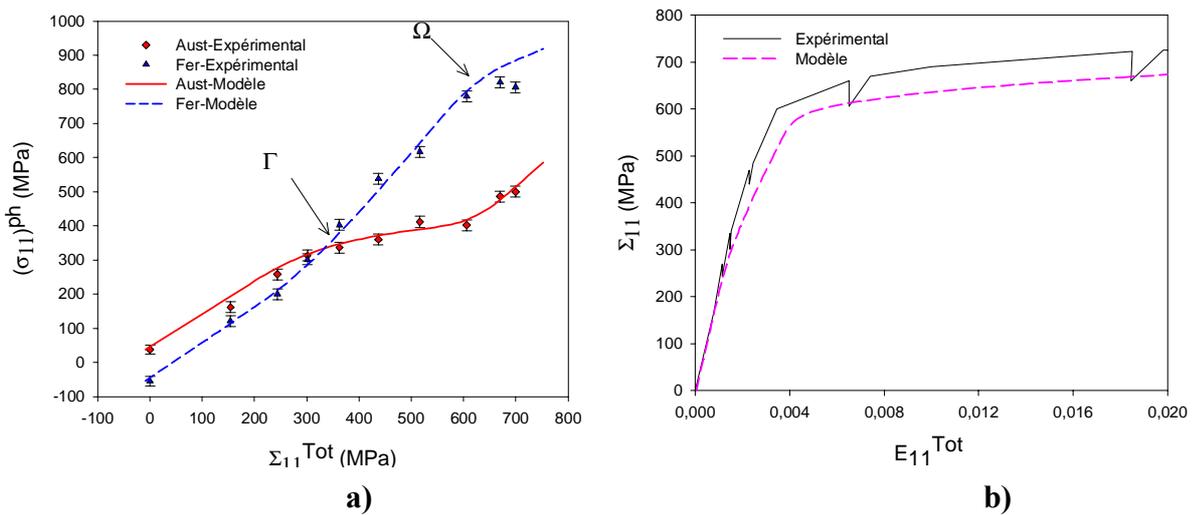
Le modèle auto-cohérent de la déformation élastoplastique (cf. paragraphes 1.3 et 4.2.2.) est utilisé, pour analyser les résultats expérimentaux obtenus pour les deux nuances d'acier

UR35N et UR52N+, afin de déterminer les cissions critiques initiales et les paramètres d'écroutissage de chacune des phases, pour le chargement de traction uniaxiale. Les contraintes initiales dans les grains sont prises en considération dans ces calculs en affectant à chaque grain les valeurs des contraintes résiduelles du tableau 6.1. Une seule famille de systèmes de glissement actifs est supposée pour l'austénite ( $\langle 110 \rangle \{111\}$ ) et deux pour la ferrite ( $\langle 111 \rangle \{110\}$  et  $\langle 111 \rangle \{211\}$ ). La contrainte normale à la surface irradiée par les rayons X ( $\sigma_{33}^{\text{ph}}$ ) est supposée nulle. Les cissions critiques initiales des deux phase ( $\tau_c^o(\gamma)$  et  $\tau_c^o(\alpha)$ ) ainsi que les paramètres d'écroutissage ( $H(\gamma)$  et  $H(\alpha)$ ) sont donc déterminés (tableau 6.2).

Une très bonne adéquation est obtenue en comparant les résultats de prédiction du modèle élastoplastique aux données expérimentales déterminées par DRX et aux courbes macro-mécaniques de l'évolution de  $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}$  (Figs 6.5 et 6.6). Des paramètres d'écroutissage similaires sont obtenus pour les trois nuances d'aciers étudiées (tableau 6.2). La dureté des phases peut être caractérisée par leurs valeurs des cissions critiques initiales (voir tableau 6.2), mais également par leurs limites d'élasticité identifiées par le modèle auto-cohérent (correspondant aux valeurs de  $\tau_c^o(\alpha)$  et  $\tau_c^o(\gamma)$  dans le tableau 6.2). L'évolution des limites d'élasticités des deux phases (Fig 6.7) en fonction de la nuance de duplex austéno-ferritique étudiée montre que les duretés de l'austénite et de la ferrite augmentent avec les teneurs d'azote, de chrome et de molybdène dans les aciers étudiés (Tableau 6.2).



**Fig 6.5.** Résultats de l'essai de traction « in situ » (chargement le long de DT) comparés aux résultats du modèle pour l'acier UR35N, en supposant que  $\sigma_{33}^{ph} = 0$ . Les contraintes résiduelles initiales considérées dans les calculs sont données dans le tableau 6.1. L'évolution des contraintes dans les phases mesurées par DRX (a) et des courbes macroscopiques mécaniques  $\Sigma_{11}$  en fonction de  $E_{11}$  (b) sont présentées.

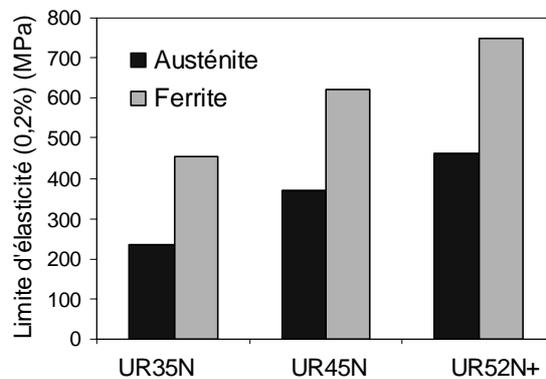


**Fig 6.6.** La même présentation que celle de la figure 6.5, pour la nuance d'acier duplex UR52N+. Les contraintes résiduelles initiales considérées dans les calculs sont données dans le tableau 6.1. Une contrainte  $\sigma_{33}^{ph} = 0$  est supposée dans les calculs.

Acier duplex	UR35N	UR45N	UR52N+
$\tau_c^o(\gamma)$ (MPa)	75	120	150
$\tau_c^o(\alpha)$ (MPa)	190	245	330
$H(\gamma)$ (MPa)	200 (260 <sup>*</sup> )	200 (260 <sup>*</sup> )	200 (260 <sup>*</sup> )
$H(\alpha)$ (MPa)	80 (20 <sup>*</sup> )	80 (20 <sup>*</sup> )	80 (20 <sup>*</sup> )
$\sigma_{0,2\%}^{el}$ <b>microscopique</b> identifiée pour l'austénite (MPa)	235	370	460
$\sigma_{0,2\%}^{el}$ <b>microscopique</b> identifiée pour la ferrite (MPa)	455	620	750

\* Valeurs des paramètres de l'érouissage  $H$  obtenus en supposant que  $\sigma_{33}^{ph} \neq 0$ .

**Tableau 6.2.** Paramètres de la déformation plastique des trois aciers identifiés par le modèle élastoplastique, en supposant que  $\sigma_{33}^{ph}=0$ , pour un chargement appliqué selon la direction (DT) et en tenant compte des contraintes résiduelles initiales, déterminées par DRX et reportées dans les tableaux 4.7 et 6.1.



**Fig 6.7.** Effet de la composition chimique sur les limites d'élasticité (0,2%) identifiées pour les phases austénitiques et ferritiques pour les trois nuances étudiés

Afin d'établir le rôles des différents éléments d'alliage dans le durcissement des phases, le pourcentage relatif de chaque élément dans la ferrite par rapport à celui dans l'austénite doit être connu. Comme montré dans le tableau 6.3, l'azote, élément gammagène, est plus présent dans la phase austénitique, cependant on trouve relativement plus de chrome et de molybdène dans la phase ferritique. Ainsi, l'augmentation de la dureté de l'austénite peut être attribuée

essentiellement à la teneur en azote tandis que le chrome et le molybdène augmentent la dureté des deux phases et principalement la ferrite.

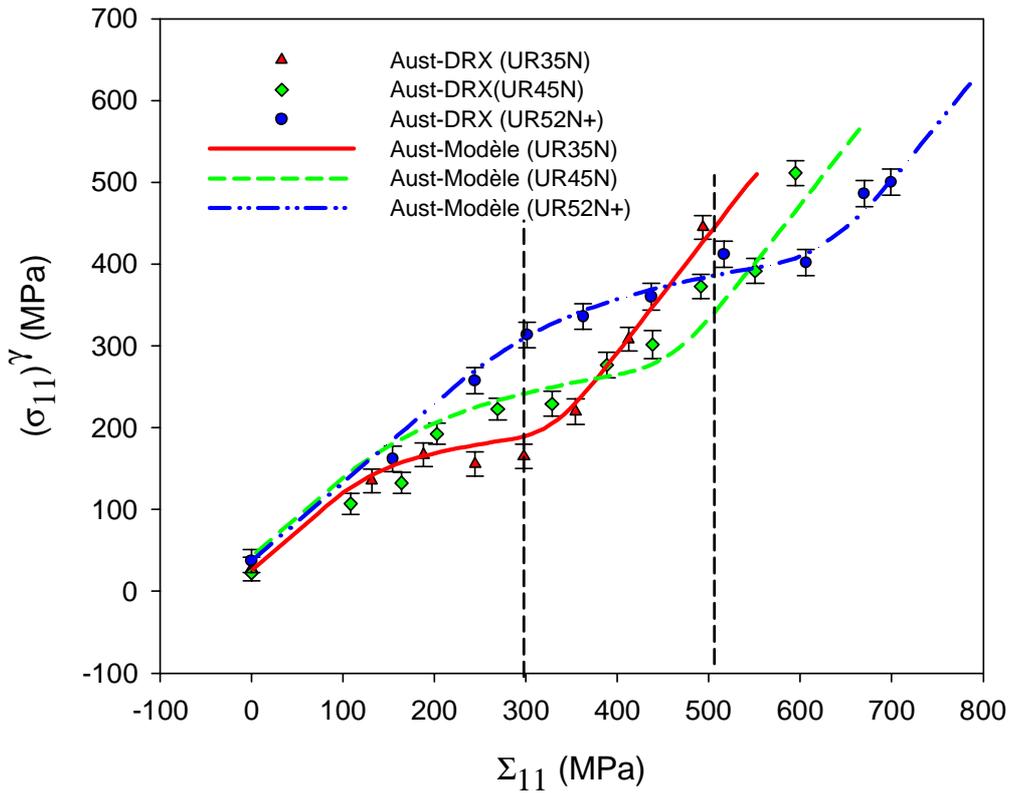
Elements	P	Si	Mn	Ni	Cr	Mo	Cu	C	N
Rapport de répartition $x(\alpha)/x(\gamma)$	2,3 à 2,9	1,2 à 1,3	0,8 à 1	0,7 à 0,9	1,2 à 1,3	1,3 à 1,4	0,75 à 0,9	0,1	0,1

**Tableau 6.3.** Teneurs des éléments dans la phase ferritique par rapport à celles dans la phase austénitique( [Lac,90]).

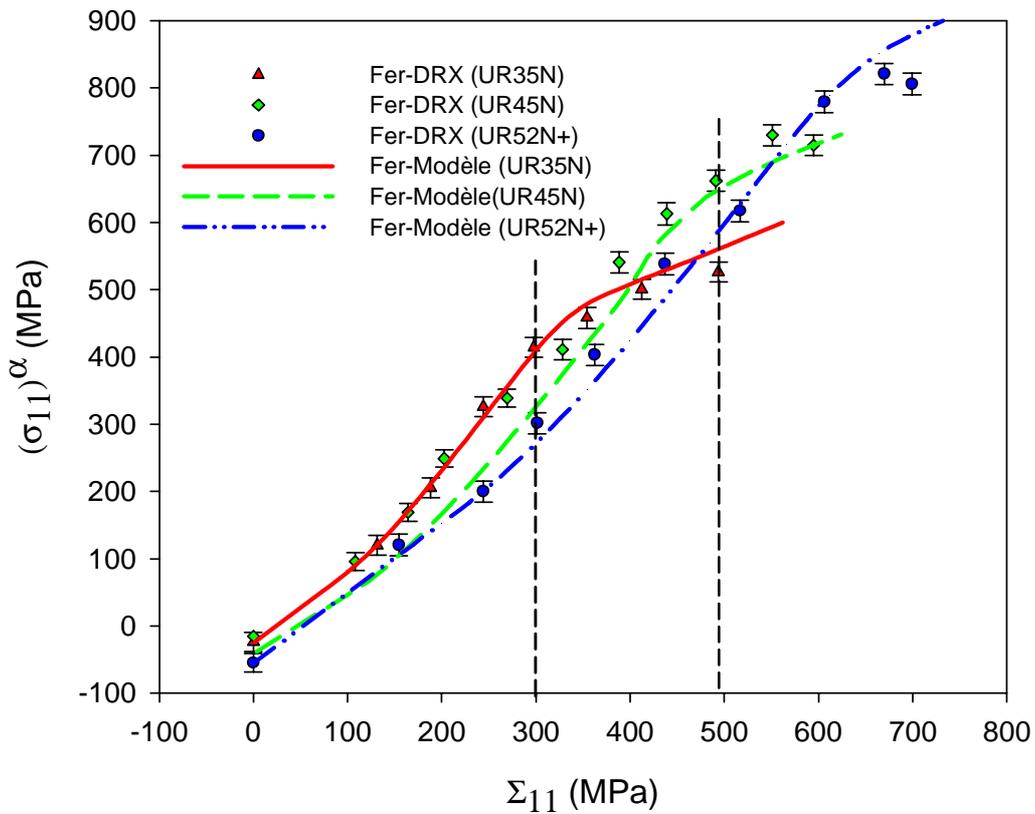
Si l'on compare le comportement mécanique des trois aciers duplex, UR35N, UR45N et UR52N+, phase par phase, on trouve que pour une contrainte macroscopique appliquée  $\Sigma_{11} \leq 450\text{MPa}$ , l'austénite du duplex austéno-ferritique à faible teneur d'azote (UR35N) est moins contrainte que l'austénite de l'acier à forte teneur d'azote (UR52N+). Par exemple, pour une contrainte macroscopique appliquée  $\Sigma_{11} \approx 300\text{MPa}$ , en passant de 0,1 % d'azote (UR35N) à 0,25% d'azote (UR52N+), la contrainte dans la phase austénitique  $\sigma_{11}^{\gamma}$  passe de 200 MPa à 310 MPa environ (Fig 6.8-a). Pour ce même niveau de chargement, le niveau de la contrainte dans la ferrite de l'acier duplex UR35N est, contrairement à l'austénite, supérieur à celui de la ferrite du duplex UR52N+. Par exemple, pour la contrainte macroscopique appliquée ( $\Sigma_{11} \approx 300\text{MPa}$ ), en passant de la nuance UR35N à UR52N+, la contrainte dans la phase ferritique  $\sigma_{11}^{\alpha}$  passe de 400 MPa dans l'acier UR35N à 270MPa dans l'acier UR52N+ (Fig 6.8-b). Les mêmes déductions peuvent être constatées en comparant le comportement de ces deux nuances d'acier duplex avec la nuance UR45N.

Au delà de la contrainte macroscopique appliquée  $\Sigma_{11} \approx 450\text{MPa}$ , la situation s'inverse totalement pour les deux phases des deux nuances d'acier UR35N et UR45N. En effet, pour une contrainte macroscopique appliquée  $\Sigma_{11} \approx 500\text{MPa}$ , par exemple, en passant de 0,1 % d'azote (UR35N) à 0,17% d'azote (UR45N) d'azote, la contrainte dans la phase austénitique  $\sigma_{11}^{\gamma}$  passe de 440 MPa à 340 MPa environ (Fig 6.8-a). Pour ce même niveau du chargement, le niveau de contrainte dans la ferrite de l'acier duplex UR35N est, contrairement à l'austénite, inférieur à celui de la ferrite du duplex UR45N. Par exemple pour une contrainte macroscopique appliquée  $\Sigma_{11} \approx 500\text{MPa}$ , en passant de la nuance UR35N à UR45N, la contrainte dans la phase ferritique,  $\sigma_{11}^{\alpha}$  passe de 560 MPa dans l'acier UR35N à 660 MPa dans l'acier UR45N (Fig 6.8-b).

Ces résultats quantitatifs peuvent être bien utiles dans l'étude de la corrosion sous contraintes ou de la fatigue, où la connaissance de l'état vrai des contraintes locales, pour un chargement macroscopique appliqué donné, est indispensable. En effet, cette démarche peut contribuer à la compréhension des mécanismes d'endommagement en corrosion sous contrainte, en fatigue ou en fatigue-corrosion.



a)

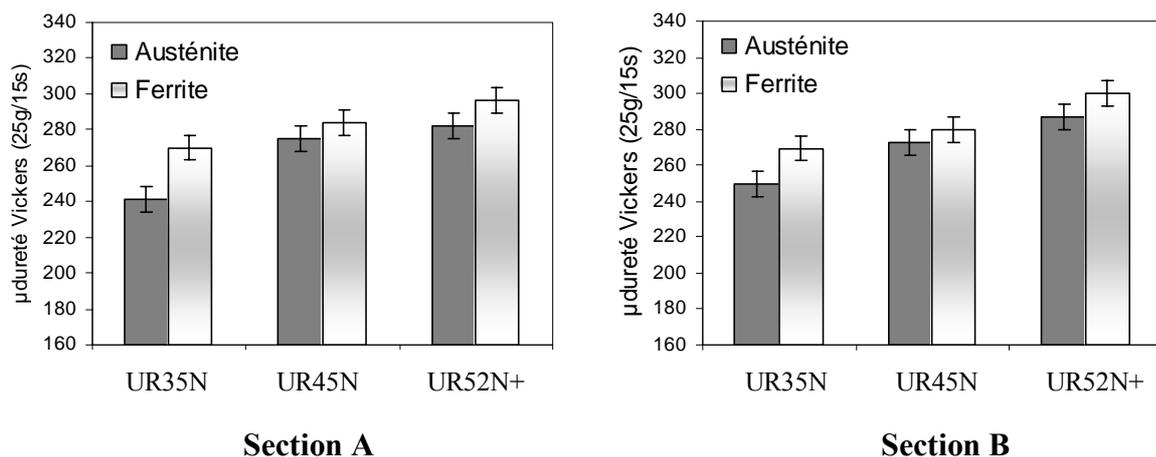


b)

**Fig 6.8:** Comparaison des contraintes dans chacune des phases des aciers duplex UR35N, UR45N et UR52N+ mesurées par DRX (a) résultats théoriques et expérimentaux de l'austénite; (b) résultats théoriques et expérimentaux de la ferrite.

### 6.2.3. Influence de la composition chimique sur la microdureté des phases

Pour les trois aciers, l'influence de la composition chimique du matériau sur le durcissement des deux phases peut être étudiée par des essais de micro-dureté Vickers. Les mesures sont réalisées sur deux sections montrées dans la figure 3.1. Les résultats obtenus représentent la moyenne d'une quinzaine de mesures, pour chaque phase. Les surfaces de mesure ont été polies mécaniquement jusqu'au papier abrasif 4000. Ensuite, elles ont été électropolies jusqu'à environ 100 $\mu$ m en profondeur afin d'éliminer la couche écrouie tout en gardant une rugosité acceptable. Les résultats de ces mesures montrent que, pour chacune des trois nuances, les valeurs de microdureté dans l'austénite et dans la ferrite sont relativement proches et l'écart entre les microduretés des phases est relativement faible et il est de l'ordre de l'incertitude de mesures (l'écart maximal est de 24 Hv). Cependant, on constate globalement que la microdureté de la ferrite est plus élevée que celle de l'austénite pour les trois aciers étudiés, et que la microdureté augmente avec l'augmentation de la teneur en azote, chrome et molybdène pour les trois nuances d'aciers duplex étudiés (Fig 6.9).



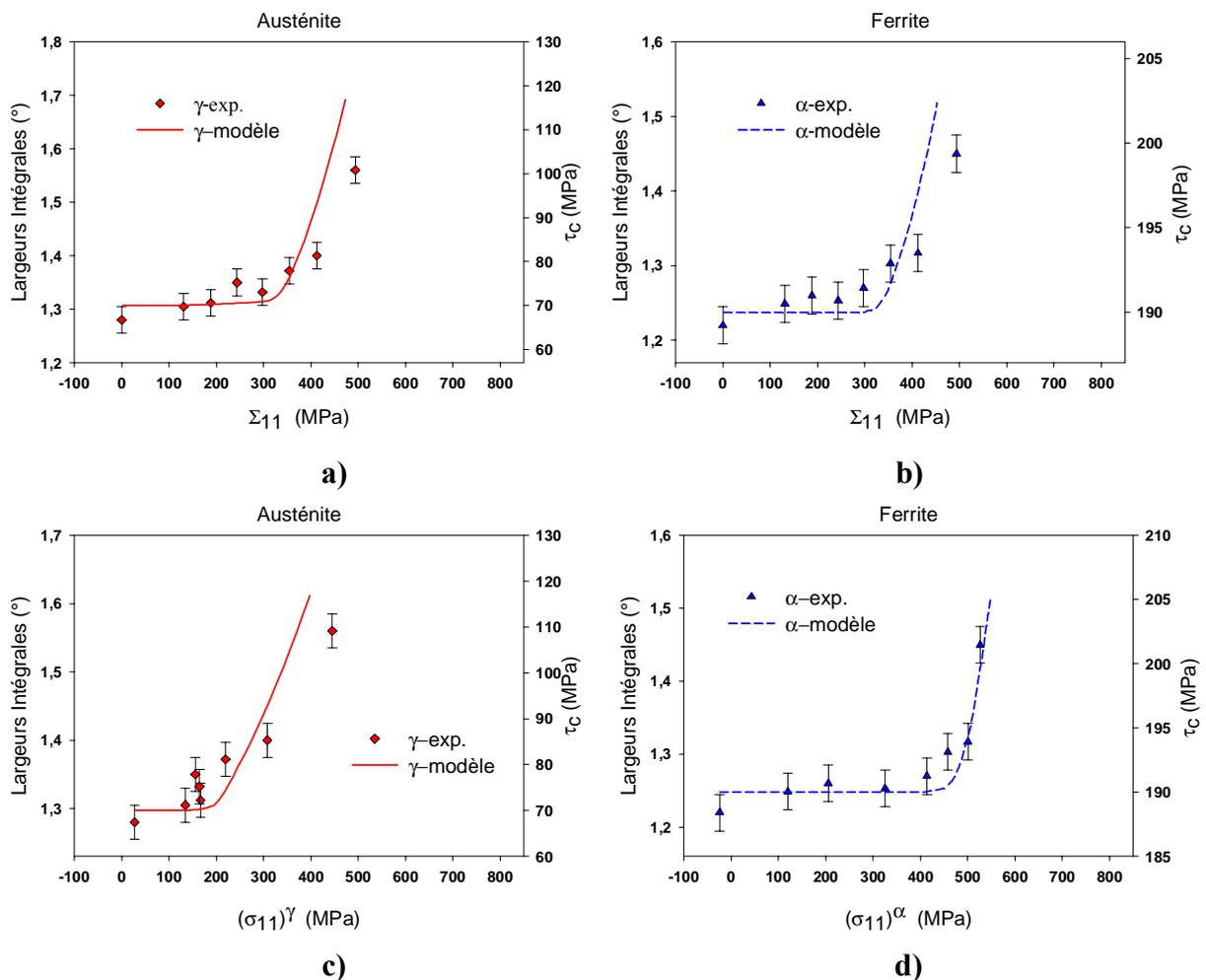
**Fig 6.9 :** Effet de la composition chimique sur les microduretés des phases austénitiques et ferritiques mesurées sur deux différentes sections (définies dans Fig 3.1)

Si l'on compare les valeurs de micro-duretés des phases entre les deux sections étudiées, on constate qu'elles sont très similaires pour chacune des nuances. Ceci confirme la similitude des comportements mécaniques des phases, observés pour le duplex UR45N, pour le chargement de traction uniaxiale, que ce soit dans la direction de laminage ou dans la direction transverse. La microdureté des deux phases des aciers duplex austéno-ferritiques a été étudiée par plusieurs auteurs sur des aciers extrudés ou forgés à chaud et qui diffèrent principalement par leurs teneurs en azote ([Joh,02]). Il a été observé que les deux phases ont des microduretés similaires quand la teneur en azote est autour de 0,12% en masse et quand les deux phases ont des tailles de grains similaires. Cependant, la ferrite est plus dure que l'austénite quand la teneur en azote est inférieure à 0,12%. D'autre part, quand la teneur en azote est supérieure à 0,12%, l'austénite est plus dure que la ferrite. Dans notre cas, et vu que les compositions chimiques diffèrent entre les trois nuances de duplex pour l'austénite et la ferrite également (Tableau 3.1), le durcissement

simultané des phases est attribué aux éléments gammagènes et alphasgènes à la fois (N, Mo et Cr) (Tableau 6.3).

#### 6.2.4. Elargissement des raies et évolution de la cission critique

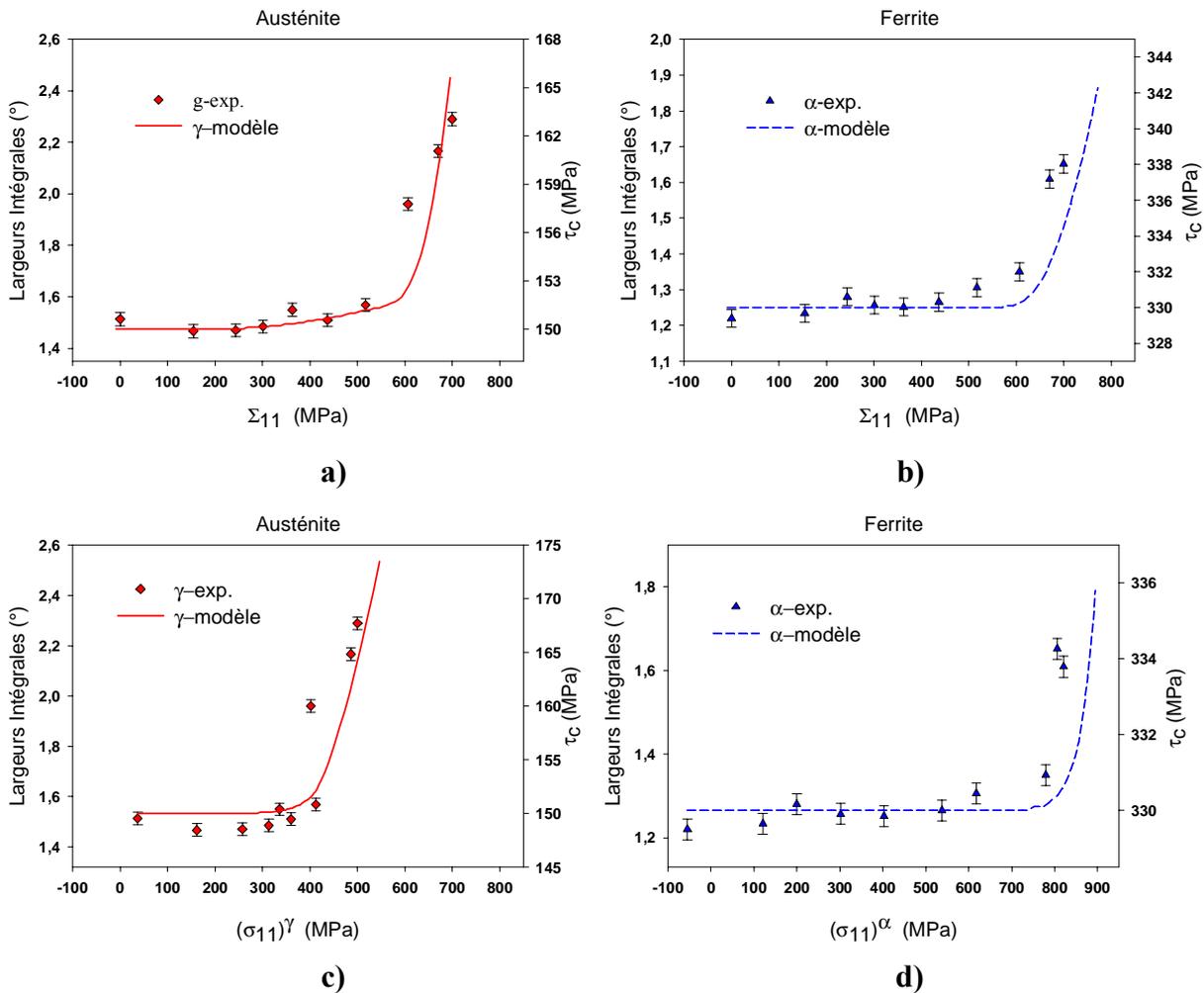
Si l'on analyse les résultats des évolutions des largeurs intégrales et des cissions critiques exprimées en fonction des contraintes macroscopiques appliquées pour les deux nuances d'acier UR35N et UR52N+, on obtient des résultats similaires à ceux obtenus avec la nuance de duplex UR45N (Figs 6.10, 6.11 et 4.18). En effet, on remarque que la valeur de la contrainte macroscopique appliquée, pour laquelle les cissions critiques et les largeurs intégrales augmentent significativement, est similaire pour les deux phases de chacune des nuances et correspond au niveau de chargement pour lequel les deux phases ont atteint le domaine de déformation plastique.



**Fig 6.10** Evolution des largeurs intégrales comparée à celle des cissions critiques, chargement en traction selon la direction transverse, pour l'acier UR35N. (a,b) en fonction de la contrainte macroscopique appliquée, (c,d) en fonction de la contrainte dans la phase.

En exprimant les largeurs intégrales et les cissions critiques des phases en fonction des contraintes moyennes dans chacune des deux phases des deux nuances étudiées, mesurées et identifiées par le modèle auto-cohérent, on trouve que leurs accroissements significatifs

correspondent quasiment aux limites d'élasticité de chacune des phases (cf. tableau 6.2). Ce résultat a été déjà constaté pour la nuance UR45N (Figs 4.18.c et d).



**Fig 6.11** Evolution des largeurs intégrales comparée à celle des cissions critiques, chargement en traction selon la direction transverse, pour l'acier UR52N+. (a,b) en fonction de la contrainte macroscopique appliquée, (c,d) en fonction de la contrainte dans la phase.

### 6.3. Influence du vieillissement thermique

Le traitement de vieillissement thermique choisi dans ce travail vise un domaine de températures relativement basses ( $<475^\circ\text{C}$ ) pour lequel le mécanisme microstructural obtenu correspond à la démixion de la ferrite (en ferrite  $\alpha$  pauvre en chrome et en ferrite  $\alpha'$  riche en chrome) par le mécanisme de décomposition spinodale ([Lac,90], [Gut,91], [Mat,97], [Par,02], [Sid,90]). Ce traitement thermique de vieillissement est effectué, pour la nuance d'acier austéno-ferritique UR45N. Les conditions de vieillissement présentées dans le tableau 6.4 sont choisies d'après le diagramme TTP des aciers duplex austéno-ferritiques (Fig 1.16). Le refroidissement est effectué à l'air.

	Température	Durée
UR45N	400°C	1000h

**Tableau 6.4.** Conditions de vieillissement thermique

L'acier austéno-ferritique étudié contient du molybdène. Comme il a été mentionné dans le paragraphe 2.2.2, cet élément d'alliage agit à la fois sur la démixion  $\alpha/\alpha'$  et sur la formation de la phase G. En effet, le molybdène se place plutôt dans la phase  $\alpha'$  que dans la phase  $\alpha$  lors de la démixion ([Mas,92]). Ceci crée des contraintes élastiques supplémentaires entre  $\alpha$  et  $\alpha'$  et donc un durcissement supplémentaire ([Mas,92]). La présence de molybdène dans la ferrite provoque une diminution de la solubilité du nickel et donc une saturation en nickel et en silicium qui favorise la formation de phase G ([Dan,91]).

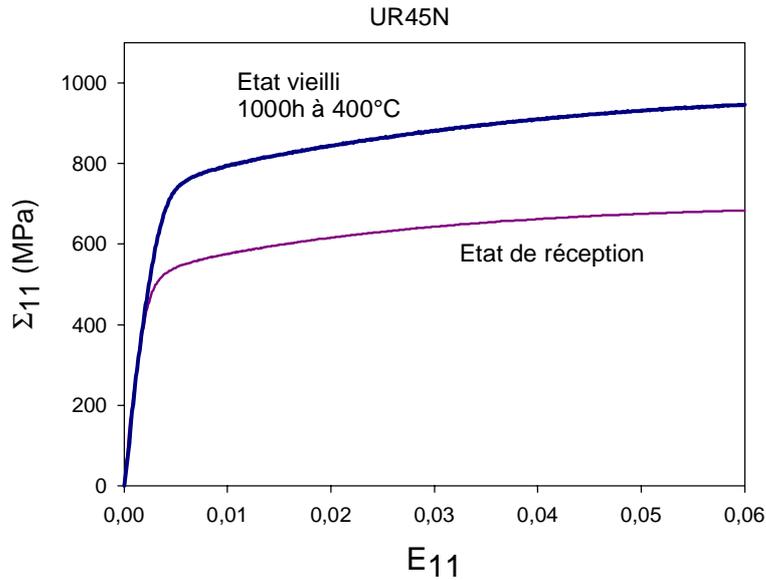
En plus de la précipitation de la phase G dans les défauts et dans les interfaces  $\alpha/\alpha'$ , qui est pilotée par la décomposition spinodale, d'autres phénomènes de fragilisation dépendant de la composition de l'acier austéno-ferritique et de la durée de la température de vieillissement peuvent apparaître. Les précipités les plus cités dans la littérature pour ces conditions de vieillissement sont les carbures  $M_{23}C_6$ , les nitrures ( $Cr_2N$ ,  $\pi$ ) et l'austénite de réversion  $\gamma_2$ . Ces précipités influencent considérablement les propriétés mécaniques et la résistance à la corrosion des aciers duplex austéno-ferritiques ([Lac,90], [Berg,97]). L'acier duplex UR45N étudié dans ce travail n'est pas sensible à la formation de carbures car il contient du molybdène qui piège le carbone et l'empêche de diffuser aux interfaces ferrite/austénite ([CaI,01]). En plus, les carbures  $M_{23}C_6$  précipitent lors de maintiens à des températures suffisamment élevées ( $\geq 500^\circ C$ ) (Fig 2.4). Les nitrures et l'austénite de réversion apparaissent pour des températures de vieillissement bien supérieures à  $400^\circ C$  ([Lac,90]).

Pour notre acier austéno-ferritique UR45N, les mécanismes microstructuraux obtenus, par le traitement de vieillissement choisis, correspondent donc à la décomposition spinodale de la ferrite en  $\alpha$  et  $\alpha'$  accompagné d'une précipitation de la phase G.

### 6.3.1. Caractérisation mécanique et microdureté

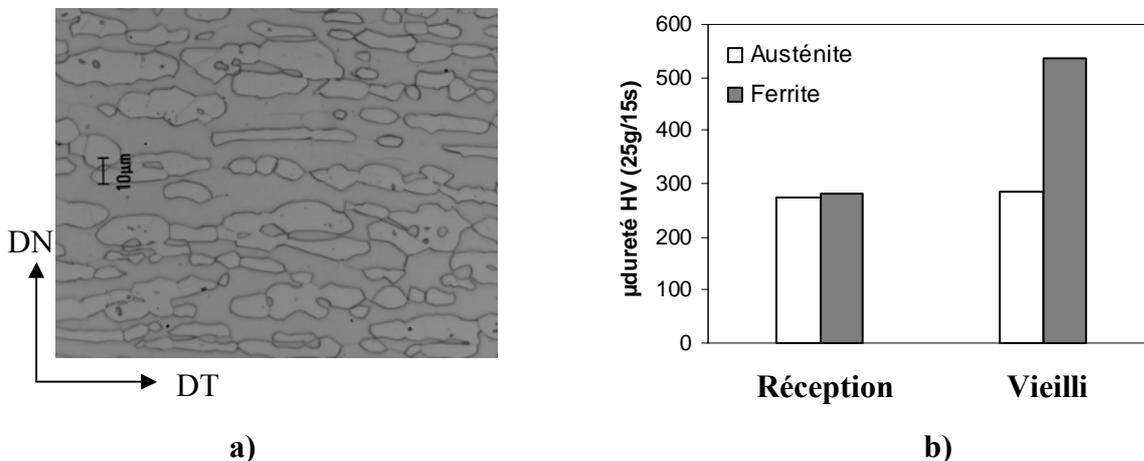
Afin d'évaluer l'effet du vieillissement sur le comportement mécanique macroscopique du matériau, les courbes de traction du matériau à l'état hypertrempé et à l'état vieilli sont comparées (Fig 6.12). Les essais sont réalisés à la température ambiante, sur une machine de traction statique (MTS), sur des éprouvettes altères et le chargement est effectué selon la direction transverse. Il apparaît clairement que la limite d'élasticité du matériau a augmenté sensiblement avec le maintien à  $400^\circ C$  pendant 1000h. Elle passe de  $\sigma_{0,2\%} = 480$  MPa pour l'état

hypertrempé à  $\sigma_{0,2\%} = 740\text{MPa}$  pour l'état vieilli. Aucune modification du module de Young et de l'écroutissage après vieillissement n'a été détectée.



**Fig 6.12 :** Courbes de traction du matériau (UR45N) à température ambiante Pour les états de réception (hypertrempé) et vieilli (à 400°C pendant 1000h)

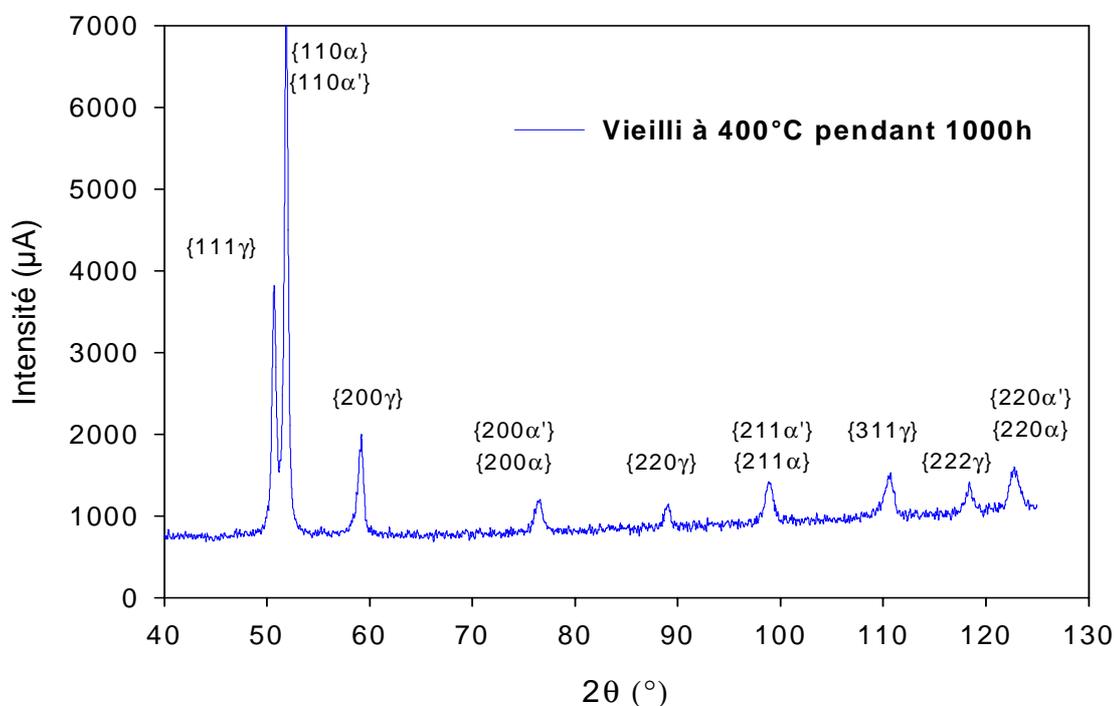
La structure de l'état vieilli pendant 1000 h à 400°C observée au microscope optique (Fig 6.13a) ne diffère pas sensiblement de celle de l'état hypertrempé. Afin d'analyser l'effet du traitement thermique sur la dureté des constituants de l'acier étudié, les microduretés dans la ferrite et dans l'austénite ont été mesurées à l'état vieilli et comparées à celles du matériau hypertrempé (Fig 6.13b). Les mesures montrent que la ferrite est effectivement fortement durcie par le traitement de vieillissement. Sa microdureté a pratiquement doublé après un maintien de 1000h à 400°C. Le traitement semble sans conséquences sur les propriétés mécaniques de l'austénite, du moins pour ce qui est de la microdureté (Fig 6.13b).



**Fig 6.13 :** Microstructure austéno-ferritique après vieillissement (a) Effet du vieillissement sur les microduretés des phases austénitiques et ferritiques (b).

### 6.3.2. Identification des phases et texture cristallographique

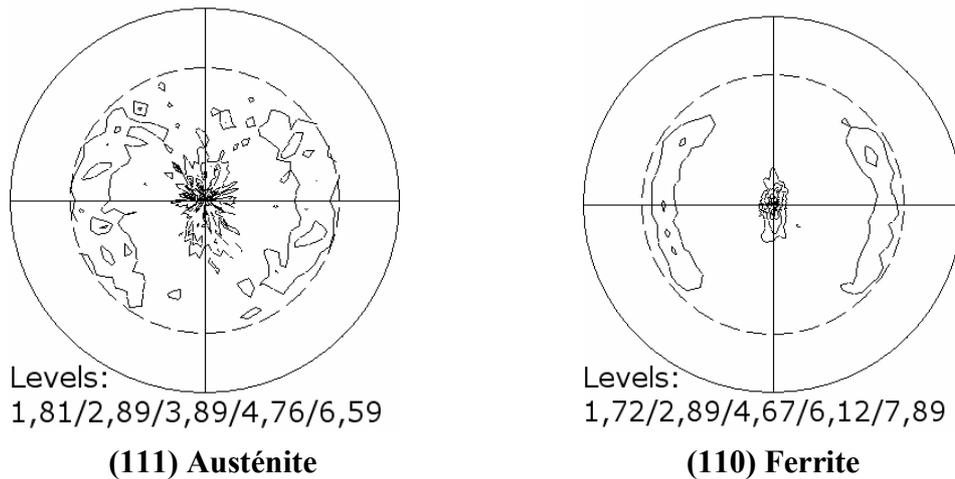
Afin de vérifier l'existence d'une précipitation de phases qui pourront être détectées par la DRX, un balayage  $\theta/2\theta$  a été effectué sur l'acier austéno-ferritique UR45N vieilli, à l'aide d'une anticathode de cobalt ( $\lambda_{Co} = 0,1760\text{nm}$ ) (Fig 6.14).



**Fig 6.14.** Diffractogramme de l'acier UR45N vieilli à 400°C pendant 1000h, obtenu par un balayage en  $\theta - 2\theta$  en utilisant une radiation de Cobalt de longueur d'onde  $\lambda_{CoK\alpha} = 0,1760\text{nm}$  et en utilisant un filtre de Fer.

Comme le montre le diffractogramme, à part les deux phases austénitique et ferritique, aucune précipitation de phases secondaires n'a été détectée par la DRX. Les phases  $\alpha$  et  $\alpha'$  ayant des paramètres de maille très voisins (la différence entre leurs paramètres de mailles est de l'ordre de 0,002 nm ([Berg,97]), un seul pic de diffraction pour chaque famille de plans cristallins apparaît. A cause de la quantité faible de la phase G, il n'était pas possible de l'observer sur le diffractogramme obtenu par DRX.

Afin d'analyser l'effet du vieillissement thermique sur la texture cristallographique, deux figures de pôle ont été réalisées pour l'austénite (plan réticulaire (111)) et la ferrite (plan réticulaire (110)) (Fig 6.15). Si l'on compare les intensités des figures de pôles obtenus avec celles de la figure 4.2 pour le matériau hypertrempé, on trouve que la texture du matériau vieilli est très similaire à celle de l'acier hypertrempé. Le traitement thermique effectué n'a pas modifié considérablement la texture du matériau.



**Fig 6.15.** Figures de pôles expérimentales de l'austénite et de la ferrite du duplex UR45N vieilli à 400°C pendant 1000h.

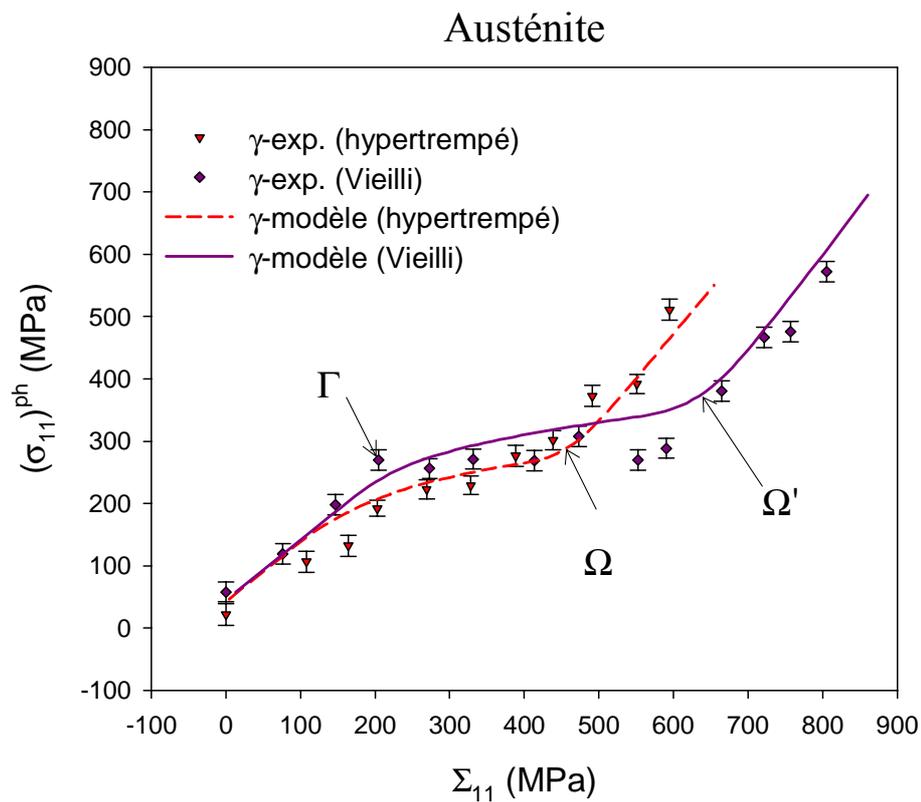
### 6.3.3. Répartition des contraintes dans les phases

Afin d'analyser la répartition des contraintes dans les deux phases au cours d'un chargement de traction uniaxiale « *in situ* », les mêmes investigations expérimentales par DRX, réalisées sur le matériau hypertrempe (cf. chapitre 4), sont effectuées sur l'acier vieilli. Le chargement est effectué selon la direction transverse (Fig 4.4). Les mesures de la variation des distances inter-réticulaires de l'austénite sont effectuées pour la raie (311), tandis que pour la ferrite, et comme elle est décomposée en  $\alpha$  et  $\alpha'$  qui ont des paramètres de maille très proches, la position de la raie de diffraction obtenue pour la raie (211) correspondra à une valeur moyenne pour toute la phase ferritique. Une contrainte moyenne sera donc obtenue pour les deux phases ferritiques  $\alpha$  (riche en chrome) et  $\alpha'$  (pauvre en chrome), pour chaque niveau de contrainte macroscopique appliqué.

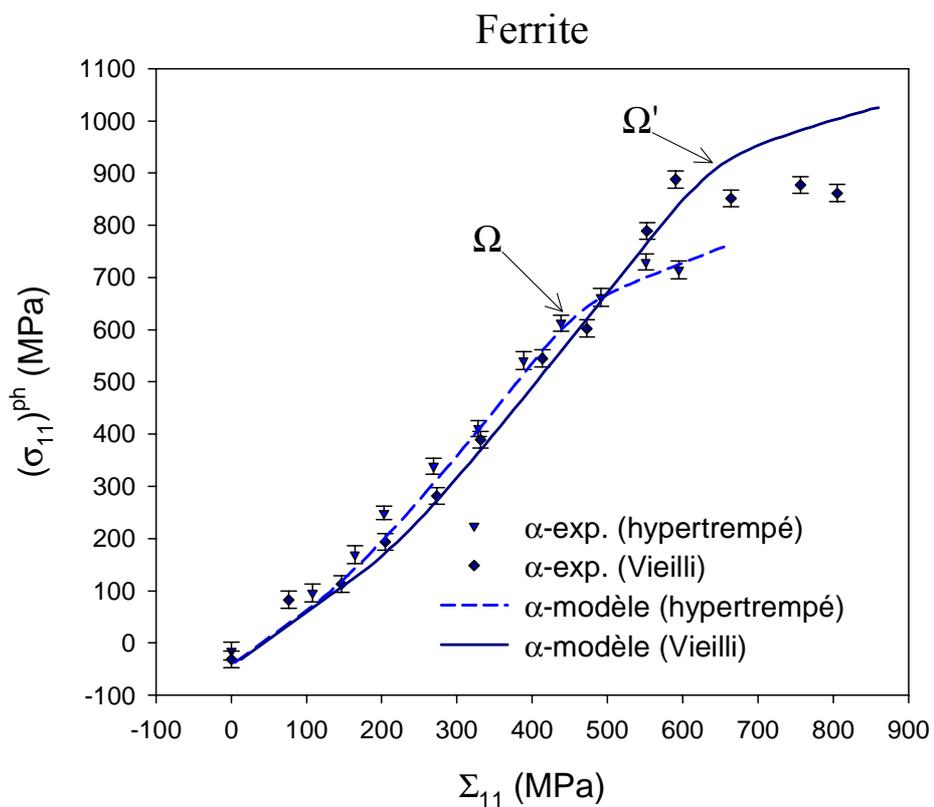
Si l'on analyse les résultats expérimentaux de répartition des contraintes dans les phases de l'acier vieilli, on constate que, dans la gamme de déformation élastique ( $\Sigma_{11} \leq 220$  MPa), on trouve une évolution linéaire des contraintes que ce soit pour la phase austénitique ou ferritique, en fonction de la contrainte macroscopique appliquée (Fig 6.16). Ces valeurs de contraintes dans l'acier vieilli correspondent approximativement aux contraintes obtenues, pour l'acier non vieilli, dans cette gamme de déformation. A partir d'une contrainte de  $\Sigma_{11} = 220$  MPa (point  $\Gamma$  dans Fig 6.16a), l'austénite commence à se déformer plastiquement tandis que la ferrite continue à se déformer élastiquement. Ces niveaux de contraintes, qui correspondent à la limite d'élasticité de l'austénite de l'acier vieilli, sont quasiment ceux de l'acier hypertrempe. Ce résultat est confirmé par la microdureté de l'austénite qui n'a pas changé après le vieillissement (Fig 6.13.b). Le niveau de contrainte appliquée, pour lequel la phase ferritique dévie de la linéarité, passe de 450 MPa (point  $\Omega$ ) pour l'acier hypertrempe à environ 600 MPa (point  $\Omega'$ ) pour l'acier vieilli (Fig

6.16). Ce dernier point correspond à la limite d'élasticité de la phase ferritique et au déclenchement du fort écrouissage de l'austénite de l'acier vieilli (Fig 6.16a).

Ces résultats ont été analysés par le modèle auto-cohérent en supposant que le comportement de l'acier austéno-ferritique après vieillissement est toujours élastoplastique (sans endommagement). Les mêmes paramètres de calcul, utilisés dans le chapitre 4, ont été appliqués dans les calculs et les contraintes résiduelles déterminées par DRX (Tableau 6.5) sont introduites comme valeurs initiales dans tous les grains. Notons que les contraintes résiduelles initiales dans l'acier vieilli déterminées dans la direction normale ont relaxé, surtout  $\sigma_{DN}^y$  qui est passé de -140MPa dans l'acier hypereutecté à -41 MPa dans l'acier vieilli à 400°C. Un bon accord entre les points expérimentaux et le modèle auto-cohérent de la déformation élastoplastique est obtenu dans les deux gammes élastique et élastoplastique (jusqu'à environ  $\Sigma_{11}=600$  MPa) que ce soit pour la répartition des contraintes dans les deux phases ou pour la courbe de traction après relaxation des contraintes pour chaque niveau de chargement mécanique (Fig 6.16 et 6.17). Après ce niveau de chargement (point  $\Omega'$ ), on aperçoit une stabilisation voire une chute de la contrainte dans la ferrite indiquant la possibilité d'amorçage de fissures par clivage dans cette phase fragilisée par le vieillissement à basse température (cf. [Vog,02]). La vérification de l'existence de fissures sur l'éprouvette de diffraction de rayons X déchargée sous microscope électronique à balayage a été sans succès à cause du mauvais état de surface après la déformation plastique. Ce phénomène de relaxation de la contrainte dans la ferrite est typique d'une ferrite qui commence à subir un endommagement ([Mci,01]). Ce phénomène n'étant pas pris en considération dans les calculs, un écart est donc apparu entre les résultats de modélisation et les points expérimentaux (Fig 6.16 et 6.17). Afin de déterminer les paramètres de plasticité il est nécessaire d'introduire dans les calculs un critère d'endommagement qui tiendra compte de la cinétique d'endommagement dans l'acier fragilisé par le vieillissement.

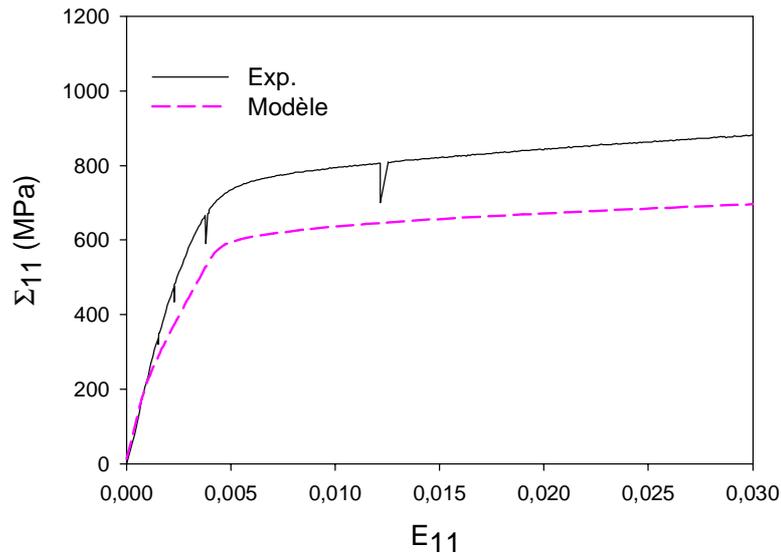


a)



b)

**Fig 6.16** Résultats de l'essai de traction « in situ » de l'acier UR45N vieilli comparé à ceux de l'acier hypertempéré. Le chargement est appliqué le long de DT (a) austénite (b) ferrite.  $\sigma_{33}^{ph}$  est supposée nulle. Les contraintes résiduelles initiales des tableaux 4.7 et 6.5 sont introduites dans les calculs.



**Fig 6.17.** Courbe de traction de la nuance d'acier duplex UR45N vieilli à 400°C pendant 1000h comparée aux résultats du modèle auto-cohérent. Les contraintes résiduelles initiales considérées dans les calculs sont celles du tableau 6.5. Une contrainte  $\sigma_{33}^{ph} = 0$  est supposée dans les calculs.

Phase	$\sigma_{TD}^{ph}$ (MPa)	$\sigma_{ND}^{ph}$ (MPa)
austénite	58	-41
ferrite	-32	64

**Tableau 6.5** Contraintes résiduelles initiales dans l'acier vieilli déterminées par DRX

Matériau	Phases	Systèmes de glissement:	$\tau_c^o$ (MPa)	H (MPa)	$\sigma_{0,2\%}^{ph}$ microscopique (Mpa)
UR45N vieilli à 400°C/1000h	Austénite	$\langle 110 \rangle \{ 111 \}$	110	250	360
	Ferrite	$\langle 111 \rangle \{ 110 \}$ et $\langle 111 \rangle \{ 211 \}$	365	80	820

**Tableau 6.6** Paramètres de la déformation élastoplastique de l'acier UR45N vieilli identifiés par le modèle élastoplastique pour un chargement appliqué selon la direction (DT) et en tenant compte des contraintes résiduelles initiales déterminées par DRX.

Toutefois, ces investigations expérimentales menées par DRX sur un acier duplex auténo-ferritique fragilisé par le vieillissement thermique, ont permis de valider, à nouveau, la méthodologie proposée et utilisée tout au long de ce travail.

## 6.4. Conclusion

Dans ce chapitre, l'effet de la composition chimique des aciers inoxydables austéno-ferritiques sur le comportement mécanique de chacune des phases austénitique et ferritique a été mis en évidence en utilisant la DRX et la modélisation auto-cohérente. Le comportement mécanique de deux nuances d'aciers inoxydables UR35N et UR52N+ qui diffèrent principalement par leur teneur en azote, élément gammagène, et par leurs teneurs en chrome et molybdène, éléments alphas, a été comparé à celui de la nuance UR45N étudiée dans le chapitre 4.

Les essais ont permis, d'une part, de valider la démarche d'analyse du comportement des phases dans un acier biphasé présentée dans les chapitres 4 et 5 et d'autre part, elle a fourni d'autres conclusions sur la compréhension du comportement mécanique des aciers inoxydables austéno-ferritiques laminés. En effet, les cissions critiques des phases ne diffèrent pas d'une phase à l'autre seulement à cause de la différence de leurs cissions critiques initiales ou du niveau des contraintes résiduelles initiales, mais elles varient également en fonction de leur composition chimique.

Un traitement thermique de vieillissement à 400°C pendant 1000h a doublé la microdureté de la ferrite sans varier celle de l'austénite. Les modifications microstructurales obtenues correspondent à la démixion de la ferrite (en ferrite  $\alpha$  pauvre en chrome et en ferrite  $\alpha'$  riche en chrome) par le mécanisme de décomposition spinodale. L'analyse des contraintes par DRX nous a fourni des contraintes moyennes dans la phase ferritique contenant deux sous phases ( $\alpha$  et  $\alpha'$ ). Aucune variation significative de la cission critique de l'austénite n'a été observée dans l'acier vieilli comparée à celle de l'acier à l'état hyperefflué. Cependant, une augmentation notable dans la cission critique de la ferrite a été obtenue. Elle est passée de 250MPa dans l'acier hyperefflué à 365 MPa dans l'acier vieilli. Dans la gamme de déformation pour laquelle les deux phases se déforment plastiquement, un écart est obtenu entre les prédictions du modèle auto-cohérent élastoplastique et les résultats expérimentaux de DRX. L'acier étant fragilisé par le vieillissement à basse température, l'endommagement de la phase ferritique pourrait se déclencher et devrait être pris en considération dans les calculs. En plus, la présence d'une phase G, susceptible de précipiter au cours du vieillissement de ce type d'acier au molybdène, peut contribuer à une modification dans le comportement de la ferrite. Dans la littérature, la plupart des auteurs s'accordent sur le fait que cette phase ne joue aucun rôle de durcissement comparé à celui de la coexistence des phases  $\alpha$  et  $\alpha'$ . Les conditions expérimentales de cette étude n'ont pas permis de vérifier la présence de la phase G ni l'analyse de sa contribution dans l'augmentation de la limite d'élasticité de la ferrite fragilisée par le vieillissement thermique.

Les investigations menées dans ce chapitre nous ont permis encore une fois de valider la méthodologie utilisée tout au long de ce travail.

# Conclusions générales et perspectives

## Conclusions générales

Dans ce mémoire, l'état de contrainte dans un matériau polycristallin a été décrit et les contraintes ont été classées selon leurs origines et selon leurs échelles. L'influence des différents types de contraintes sur les distances inétri-réculaires mesurées par les techniques de diffraction a été définie pour les matériaux polycristallins multiphasés. Le modèle auto-cohérent a été présenté et son apport dans l'étude des propriétés mécaniques et de l'évolution des contraintes a été discuté.

L'objectif principal de cette recherche était de proposer et valider une démarche mettant en oeuvre les techniques de diffractions des rayons X et neutronique, alliées à des approches théoriques de la modélisation auto-cohérente, afin de mieux analyser et comprendre le comportement mécanique de chaque phase d'un acier inoxydable austéno-ferritique, sous un chargement uniaxial.

Pour cet objectif, la DRX a été utilisée afin d'analyser la répartition des contraintes dans l'acier duplex austéno-ferritique. L'analyse et la discussion des résultats expérimentaux ont été effectuées en tenant compte de l'anisotropie du matériau (texture cristallographique) et de la forme ellipsoïdale des inclusions. Le calcul des CER a fait appel au modèle auto-cohérent de la déformation purement élastique. Le modèle auto-cohérent de la déformation élastoplastique a été confronté avec succès aux résultats expérimentaux. Les cissions critiques et les paramètres d'écrouissage de chacune des phases de l'acier duplex UR45N ont été identifiés. La phase austénitique représente la phase la moins dure tandis que la phase ferritique est la phase la plus dure dans l'acier duplex étudié. L'influence des contraintes résiduelles initiales sur les limites d'élasticité des phases a été considérée. Il a été montré que la présence de contraintes résiduelles initiales dans l'échantillon non déformé modifie considérablement les valeurs des limites d'élasticité des phases, d'où la nécessité d'estimer correctement ces contraintes résiduelles initiales et de les prendre en compte dans les calculs. Le problème de la relaxation de la contrainte normale à la surface irradiée par les rayons X a été discuté.

L'évolution des déformations élastiques pour différentes raies de diffraction pour chaque phase de l'acier duplex, au cours d'un chargement uniaxial de traction ou de compression, déterminées par la méthode de diffraction des neutrons de « temps-de-vol », a été comparée aux résultats de prédiction du modèle auto-cohérent. Les contraintes résiduelles initiales ont été déterminées par la méthode de « temps-de-vol » et les résultats ont été interprétés en utilisant la méthode de « *multi-réflexion* ». Il a été montré que l'anisotropie du comportement des phases

peut être prédite correctement quand les constantes d'élasticité anisotropes sont introduites dans les calculs et quand les contraintes résiduelles initiales ainsi que la texture cristallographique sont prises en compte. Un bon accord quantitatif entre les résultats théoriques et expérimentaux a été obtenu pour les petites déformations élastoplastiques (et surtout dans le domaine de déformation purement élastique). Cependant, une correspondance qualitative a été obtenue dans le régime des déformations les plus grandes (quand les deux phases ont été plastifiées). Les raisons de ces écarts expérience / modèle ont été discutées. Le succès des prédictions du modèle auto-cohérent élastoplastique nous a permis d'analyser l'effet de la présence de la texture cristallographique et l'influence de l'anisotropie élastique sur le comportement de chacune des phases austénitique et ferritique. Une bonne correspondance a été notée en comparant les résultats obtenus par DRX et ceux obtenus par la diffraction neutronique.

L'effet de la composition chimique des aciers inoxydables austéno-ferritiques sur le comportement mécanique de chacune des phases austénitique et ferritique ainsi que l'effet d'un vieillissement thermique à basse température (400°C pendant 1000h) ont été mis en évidence en utilisant la DRX et la modélisation auto-cohérente. Ces investigations ont permis, d'une part, de valider la démarche adoptée pour l'analyse du comportement des phases dans un acier biphasé, présentée dans ce travail et d'autre part, elle a fourni d'autres conclusions sur la compréhension du comportement mécanique des aciers inoxydables austéno-ferritiques corroyés.

Enfin, on peut conclure que à travers cette étude, on a montré la pertinence et la complémentarité des techniques de diffractions des rayons X et neutronique, dans l'analyse de la répartition des contraintes dans un acier biphasé austéno-ferritique lors d'un chargement mécanique uniaxial. Le modèle auto-cohérent, comparé à différentes grandeurs obtenues par diffraction est capable de déterminer les paramètres de plasticité des phases dans un acier hétérogène multiphasé. Ces résultats quantitatifs pourraient être bien utiles dans l'étude de la corrosion sous contraintes ou de la fatigue, où la connaissance de l'état vrai des contraintes locales, pour un chargement macroscopique appliqué donné, est indispensable. En effet, cette démarche peut contribuer à la compréhension des mécanismes d'endommagement en corrosion sous contrainte, en fatigue ou en fatigue-corrosion.

## Idées de perspectives

Il importe de noter que dans la démarche suivie tout au long de ce mémoire, nous n'avons pas abordé le facteur viscosité qui est loin d'avoir un effet négligeable. Cet aspect, qui fait intervenir la température et le temps (fluage-relaxation), ferait sans doute l'objet d'intéressantes investigations afin de compléter cette étude. La démarche présentée dans ce travail pourra être appliquée pour d'autres matériaux biphasés fortement texturés ou des matériaux biphasés qui présentent une structure non cubique pour mettre, davantage, en évidence l'effet de la texture.

D'autres méthodes d'identification de champs locaux, telles que les méthodes optiques et l'EBSD (Electron Back Scattering Diffraction), peuvent être envisagées afin d'étudier l'évolution des déformations élastoplastiques à l'échelle des phases et de confronter ces résultats aux résultats obtenus dans cette thèse.

La technique du rayonnement synchrotron de haute énergie qui permet d'avoir une taille de sonde de moins de 1  $\mu\text{m}$  et l'utilisation de la micro-diffraction Laue permettront de réduire l'analyse à quelques grains. Ces analyses pourront être analysées et confrontées aux méthodes des éléments finis par exemple. En outre, il reste encore des améliorations à porter dans le modèle autocohérent élastoplastique utilisé dans ce travail afin de mieux tenir en compte de l'anisotropie plastique, de la viscosité (fluage-relaxation) et éventuellement de l'endommagement.



# Références bibliographiques

- [Akd,95a] Akdut N. and J. Foct J., Scripta Metal. and Mater., **V32** (1995) 103.
- [Akd,95b] Akdut N., and J. Foct J., Scripta Metal. and Mater., **V32** (1995) 109.
- [Aym,96] Atmard J.P., Leger M.T. - Manuel des aciers moulés, 3<sup>ème</sup> édition, Éditions Techniques des Industries de la Fonderie, 1996.
- [Bac,00] Baczmański A, Zattarin P, Lipiński P and Wierzbanowski K., Different methods of slip system selection used in plastic deformation models, In: Proc. of Int. Conf. JSTMM 2000, Tunis, Tunisie, 2000. pp. 33.1.
- [Bac,03] Baczmański A., Braham C. and Seiler W., Phil. Mag. **V83** (2003) 3225.
- [Bac,04a] Baczmański A. and Braham C., Acta. Mater. **V59** (2004) 1133.
- [Bac,04b] Baczmański A., Braham C. and Seiler W., Phys. Stat. Sol. A **201** (2004) 2886.
- [Bac,05] Baczmański A., Stress field in polycrystalline materials studied using diffraction and self-consistent modelling, 2005, Wydział Fizyki Informatyki Stosowanej AGH Krakow.
- [Bac,94] Baczmański A., Wierzbanowski K., Lipiński P., Helmholtz RD., Ekambaranathan G. and Pathiraj B. Phil. Mag., A **69** (1994) 437.
- [Bac,97] Baczmanski, A., Wierzbanowski, K., Tarasuk, J. et Lodini, A., Arch. Metall., **V42**, (1997) 173.
- [Bar,87] Barral M., lebrun J.L., Sprauel J.M., and Maeder G., Met. Trans., A 1987 **18A** (1987) 1229.
- [Bel,94] Belassel M., Etude de distribution des contraintes d'ordre I et II par diffraction des rayons X dans un acier perlitique. Thèse ENSAM, 1994.
- [Ber,79] Berveiller M, Zaoui A, J. Mech. Phys. Solids, **V26** (1979) 325.
- [Berg,97] Berge P., Zacharie G., Endommagement des matériaux dans les centrales nucléaires à eau pressurisée, édition Eyrolles 1997.
- [Bra,87] Brakman C.M., Phil. Mag, A, **V55** (1987) 39.
- [Bra,97] Braham C., Habilitation à diriger des recherches, Microstructure et mécanique en corrosion sous contraintes : Apport des techniques de diffraction X et neutronique, (1997). p 37.
- [Bun,82] Bunge J.H., Texture analysis in material science: Mathematical Methods. Butterworths, London, 1982.
- [Cal,01] Calonne. V., Propagation de fissures par fatigue dans les aciers austéno-ferritiques moulés ; influence de la microstructure, du vieillissement et de la température d'essai, thèse de doctorat de l'école des mines de Paris, 2001.
- [Can, 91] Canova G., Bacroix B., Mecking H., The prediction of deformation textures in  $\alpha$ - $\beta$  titanium, Large Plastic Deformations Mecamat'91, p101.
- [Can,85] Canova G.R., Tome C.N., Kocks U.F., Jonas J., J. Mech. Phys. Solids, **V33** (1985) 371.
- [Cly,93] Clyne T.W. and Withers P.J., 1993, An introduction to Metal Matrix Composites. Cambridge Solid State Sciences Series. Cambridge: Cambridge University Press.
- [Dan,03] Dann J.A., Daymond M.R., James J.A.J., Santisteban J.R. and Edwards L., ENGIN-X: A New Diffractometer Optimised for Stress Measurement, Proceedings of ICANS-XVI 16th Meeting of the International Collaboration on Advanced Neutron Sources May 12 – 15, 2003 Düsseldorf-Neuss, Germany.

- [Dan,91] cité dans [Cal,01] (Danoix. F, Chambrelaud S., Massoud J.P., Auger P., Évolution microstructurale de la ferrite des aciers austéno-ferritiques lors de vieillissements entre 300 et 400°C, Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF, n°92NIB0005, 1991.
- [Dol,79] Dolle H., J. Appl. Cryst. **V12** (1979) 489.
- [Dup,96] Dupouiron F., Audouard J.P., 1996, Scandinavian Journal of Materials **25**, 95.
- [Ebe,00] Eberle F., Wroblewski T., Lebrun J-L., Cailletaud G., Mater Sci. Forum, **V60–65** (2000)347.
- [Esh,57] Eshelby JD., Proc. Roy. Soc. Lond. **A241** (1957) 376.
- [Fra,80] Franciosi P, Berveiller M, Zaoui A, Acta. Met, **V28** (1980) 273.
- [Fran,95] François D., Pineau A., Zaoui A., Comportement mécanique des matériaux ; élasticité et plasticité, Hermes Paris 1995.
- [Franc,91] François M., Détermination de contraintes résiduelles sur des fils d'acier eutectoïde de faible diamètre par diffraction des rayons X. Thèse de doctorat, Ensam Paris, 1991.
- [Gav,98] Gavriljuk V.G., Sozinov A.L., Foct J., Acta Mater. **V46** (1998) 1157.
- [Gre,49] Greenough, G.B., Proc. Roy. Soc, **A197** (1949) 556.
- [Guo,01a] Guo. F. A, Ji. V, Zhang. Y.G, and Chen. C. Q, Mater. Sci. Eng A., **V 315** (2001) 195
- [Guo,01b] Guo. F. A, L'influence de la microstructure sur des propriétés mécaniques et des contraintes internes d'un alliage intermétallique biphasé à base de TiAl, thèse de doctorat de l'ENSAM de Paris, 2001.
- [Gut,91] Guttmann M., Duplex stainless steel 91, Beaune, France, 1991, 79.
- [Han,05] Han T.S., Dawson P.R.; Mat. Scie, Eng A, **A405** (2005) 18.
- [Hau,86] Hauk, V, Adv X-ray Anal., **V29** (1986) 1.
- [Hau,97] Hauk V, Structural and residual Stress analysis by Nondestructive Methods, Elsevier Amsterdam, 1997, p.15.
- [Hil,65] Hill R., J Mech. Phys. Solids; **V13** (1965) 89.
- [Hut,64] Hutchinson, J.W. J. Mech. Phys. Solids, **V12** (1964).11.
- [Hut,76] Hutchinson J.W., Bounds and self-consistent estimates for creep of polycrystalline materials, Proc. Roy. Soc. Lond. **A348** (1976) 101.
- [Ina,04] Inal K., Lebrun J.L., and Belassel M., Metallurgical and materials transactions A, **35A**, (2004) 2361.
- [Ina,96] Inal K., Etude de l'hétérogénéité des contraintes résiduelles et appliquées dans un acier austéno-ferritique. Modélisation polycrystalline et analyse expérimentale par diffraction des rayons X, Thèse université d'Orsay, 1996.
- [Ina,98] Inal K., Lebrun J-L., J. Phys IV **8** (1998) 69.
- [Ina,99] Inal K., Gergaud P. , Francois M., Lebrun J-L., Scand. J. Metall. **28** (1999) 139.
- [ISIS] <http://www.isis.rl.ac.uk>. ISIS spallation neutron source website
- [Iwa,84] Iwakuma T, Nemat-nasser S, Proc. R. Soc. Lond., **A394** (1984) 87
- [Ji,02] Ji. V, Guo. F. A, Seiller. W, Matériaux 2002, réf : af-02-001.
- [Jia,06]) Jia N., Lin Peng R., Wang Y.D., Chai G.C, Johansson S., Wang G., Liaw P.K.; Acta. Mat., **V54** (2006) 3907.
- [Joh,99] Johansson J., Oden M., and Zeng X.-H., Acta Mater. **V47** (1999) 2669.

- [**Kal,90**] Kallend J.S, Moks U.F, Rollet A.D, Wenk H.R, 1990, Operational Texture Analysis, Rapport LA-UR-90-2852, Center for Material Sciences, Los Alamos National Laboratory, USA.
- [**Kli,94**] Klimanek P., Mat. Sci. Forum, **V1119** (1994) 22.
- [**Kri,93**] cité dans [Bac,05], J. Krier, Thèse de l'université de Metz, France (1993).
- [**Krö,58**] Kröner E., 1958, Kontinuumstheorie der Versetzungen and Eigenspannungen. Berlin, Spinger-Verlag.
- [**Krö,61**] Kröner E., Acta Metall. Mater, **V9** (1961) 155.
- [**Lac,90**] Lacombe P, Baroux B, Beranger G, Les aciers inoxydables, Les éditions de physique, France, (1990).
- [**Lag,67**] cité dans [Cal,01], Lagneborg R., Deformation in an iron-30% chromium alloy aged at 475°C, Acta Metallurgica, **V15** (1967) 1737.
- [**Lar,94**] Larson A, Von Dreele RB, GSAS – General Structure Analysis System. Technical Report LA-UR-86-748, Los Alamos National Laboratory, USA; (1994).
- [**Lau,26**] Laue M. Von., Z. Kristallogr, **V64** (1926) 115.
- [**Lef,68**] Leffers T., Phys. Stat. Sol., **V25** (1968) 337.
- [**Lef,75**] Leffers T., 1975, A Kinematic Model for the plastic Deformation of Face Centred Cubic Polycrystal, Riso Report No 302, Danish Atomic Commission, Riso, Denmark.
- [**Lev,03**] Levy-Tubiana R. et al. Mat. Sci. Eng., **A341** (2003) 74.
- [**Lip,89**] Lipinski P. and Berveiller M., Int. J. of Plasticity, **V5** (1989) 149.
- [**Lip,92**] Lipinski P., Naddari A., Berveiller M., Int. J. Solids Structures, **V29** (1992) 1873.
- [**Lip,95**] Lipinski P., Berveiller M., Reubrez E., Morreale J., Arch. Appl. Mech., **V65** (1995) 291.
- [**Liu,03**] Liu Y., Gilormini P. and Ponte Castañeda P., Acta Materialia, **V 51**, Issue 18, (2003) 5425.
- [**Luc,95**] Lukas P, Macek K, Kouril Z, Strunz P, Janovec J, Vrana M and Mikula P. Microstrain investigation of low-carbon steel after tensile deformation using neutron diffraction. In: Denis S., Lebrun J-L., Bourniquel B., Barral M. and Flavenot JF., editors. Proc. of the 4-th European Conf. on Residual Stresses, ECRS-4, Cluny en Bourgogne, France. SFMM and ENSAM, 1995, p. 107.
- [**Mac,86**] Macherauch E., Kloss K.H., 1986, « Proc. Of the int. Conf. On residual stress», Garmish-partenkirchen (FRG), 3-26.
- [**Mar,64**] cité dans [Cal,01], Marcinkowski M. J., Fiischer R.M., Szirmae A., Trans. Metall. Soc. AIME 230, 1964, p. 676.
- [**Mar,77**] Marion R.H, and Cohen J.B, adv. X-ray anal. **V 20** (1977) 355.
- [**Mas,92**] cité dans [Cal,01], Massoud J.P., Van Duysen J.C., Zacharie G., Thermal ageing of duplex stainless steels, Collection de notes internes de la direction des études et recherches d'EDF, n°93NB00024, 1992.
- [**Mat,01**] Mateo A., Lianes L., Akdut N. and Anglada M., Mat. Science and Eng A. **319-321** (2001) 516.
- [**Mat,34**] Mathar J., Determination of Initial Stresses by Measuring the Deformation Around Drilled holes, Arch Eisenhüttenwesen, 6, 1934, pp. 277-281 et Trans. ASME, **V56** (4) (1934)p. 249.
- [**Mat,82**] Matthies S, Vinel G.W, Phys.Status Solidi B, **V112** (1982) 111.
- [**Mat,97**] Mateo A., Lianes L., Anglade M., Redjaimia A., Metauer G., J. Mat.Sci., (1997), 4533.

- [Mci,00] Mcirdi L., Baptiste D., Inal K., Lebrun J-L., Barbier G., J. Appl. Neutr. Res., V9 (2000) 217.
- [Mol,87] Molinari A., Canova GR. and Ahzi S., Acta Metall. V35 (1987) 2983.
- [Mov,02a] Moverare J. and Oden M., Metall. and Mater. Trans., V33A (2002) 57.
- [Mov,02b] Moverare J. and Oden M., Acta Mater. A337 (2002) 25.
- [Mur,82] Mura T., (1982) Micromechanics of defects in solids », Martinus Nijhoff Publishers, Hague, The Netherlands.
- [Mur,93] Mura T., 1993, Micromechanics of defects in solids, Revised Edition Mechanics of elastic and inelastic solids Kluwer Academic Publisher, Dordrecht, Boston, London.
- [Neb,01] Nebozhyn M V., Ponte Castañeda P., Gilormini P., Journal of the Mechanics and Physics of Solids, V49 (2001) 313.
- [Nik,85] Nikulari A., Lu J., Flavenot F., J. of Mech. Working Tech., V11 (1985) p. 167.
- [Noy,87] Noyan I.C., and Cohen J.B., Residual Stress: New York: Springer-Verlag, 1987
- [Paq, 98] Paquin A., Modélisation micromécanique du comportement élastoviscoplastique de matériaux hétérogènes, LPMM – Thèse de l'Université de Metz, Janvier 1998.
- [Paq,01] Paquin A., Berbenni S., Favier V., Lemoine X., Berveiller M., I. J. of plasticity, V17 (2001) 1267.
- [Par,02] Park C.J., Kwon H.S., Corrosion science, V44 (2002) 177.
- [Paw,86] Pawlik K, Phys. Status. Solidi B, 134 (1986) 477.
- [Pen,06] Peng R. Lin, Gibmeier J., Eulert S., Johansson S., and Chai C., Mater. Scien. Forum Vols 524-525 (2006) 847.
- [Pic,78] Pickering F. B., "Physical metallurgy and the design of steels", Applied science publishers LTd, London, (1978).
- [Pin,87] Pintschovius L., Hauk V. et Krug W.K., Mater, Scien, and Eng. (1987), V92,1.
- [Pin,92] Pintschovius, L, eds. M. T. Hutchings et A. D Krawitz, Kluwer Academic, london (1992) p. 77.
- [Pos,88] Pospiech J, 1988, Proc. of the 8-th Inter. Conf on Textures of Materials (ICOTOM8), Ed. par. Kallend J.S, Gottstein G, The Metallurgical Society, USA
- [Rei,73] Reid C.N., 1973, Deformation Geometry for Mechanical Scientists, Pergamon Press, Oxford.
- [Reu,29] Reuss A., Z. Angew. Math. Mech., V9 (1929) 49.
- [Sac,28] Sachs G., Zeit. Der V.D. I., V72 (1928) 739.
- [Sch,00] Schwarzer A, 2000, Automated electron Backscatter diffraction: Present State and Prospects ; in Electron Backscatter Diffraction in materials Science, ed. Swartz A.J, Kumar M, Adams B.L, Kluwe Academic, New York 2000, p.105.
- [Sid,90] Sidhom H., "Étude de l'évolution structurale au cours du vieillissement de deux aciers inoxydables austénitiques, et de son influence sur les propriétés mécaniques et de corrosion intergranulaire" Thèse d'état, Orsay, (1990)
- [Tar,93] Tarasiuk J., Wierbanowski K., et Kuznierz, Arch. Metall., V38 (1993) 33.
- [Tay,38] Taylor G.I. J., Inst. Metals., V62 (1938) 307.
- [Tho,87] Thompson P., Cox D.E., Hasting J.B., J; Appl. Crist, V20 (1987) 79.
- [Thü] Thüner W.A., Micromagnetic techniques, p. 97.
- [Tse,03] Tseng C-M., Liou H-Y., Tsai W-T., Mat. Science and Eng A. V344 (2003) 190.
- [Ung, 01] Ungar T., Mat Sci and Eng., A309-310 (2001) 14.

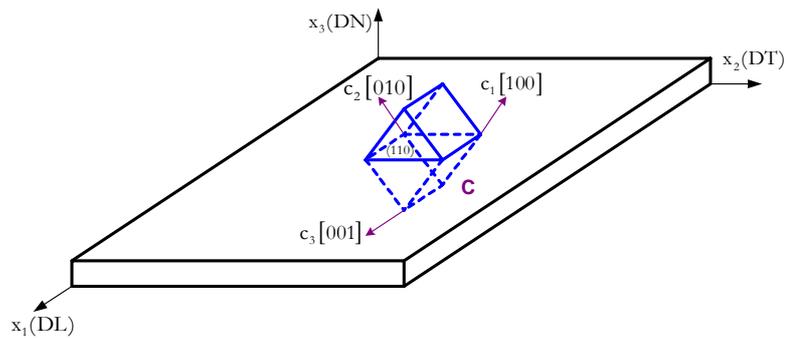
- [Ung,84]** Ungar T., Mughrabi H., Ronnpagel D., Wilkens M., Acta met., **V32** (1984) 333.
- [Ung,96]** Ungar T., Borbely A., Appl. Phys. Lett., **V69** (1996) 3173.
- [Usi,00]** CLI-FAFER, Usinor group, 2000, URANUS 52N+, 7.
- [VanA,94]** Van Acker K., Van Houtte P., et Aernoudt E., (1994), Proc of the 4<sup>nd</sup> Intern. Conf. On Residual Stresses ICRS4, Baltimore Maryland, USA, Society for experimental mechanics, Inc., p. 402.
- [VanH,82]** Van Houtte P., Mat. Sci. Eng., **V55** (1982) 69.
- [Vin,96]** Vinci R.P., Vlassak J.J., Rev Ann.. Mater. Sci., **V26** (1996) 431.
- [Vog,02]** Vogt J.-B., Massol K., Focht J., International Journal of Fatigue, **V24** (2002) 627.
- [Voi,28]** Voigt W., 1928, Lehrbuch der Kristallphysik, Leipzig, BG Teubner Verlag. Page 6.
- [War,50]** Warre, B.E., Averbach B.L., J.Appl.Phys., **V21** (1950) 595.
- [Wie,82]** Cité dans [bac,05], P.F. Wiellemse, B.P. Naughton, et C.A. Werbrak, Mater. Sci. And Eng. **V56** (1982) 25.
- [Wie,92]** Wierzbowski K., Jura J., Haije W.G. et Helmholtz R.B., Cryst. Res. Technol., **V27** (1992) 513.
- [Wil,53]** Williamson G.K., Hall W.H., Acta. Metall, **V1** (1953) 22.
- [Wol,71]** Wolf H, Böhn . W, Arch Eisenhüttenwes, **V42** (1971) 175.
- [Wro,06]** Wroński S., Baczmański A., Wierzbowski K., Braham C., Dakhlaoui R. and Oliver E.C., Materials Science Forum **V524-525** (2006) 841.
- [Yam,95]** Yamamoto K. and Hosoya K.; Mat.Science and Eng A. **V198** (1995) 239.
- [Yao,92]** Ke-Fu Yao, Nai-Yong Tang, and Nan-Ping Chen Acta Metall. **V40** (1992) 2131.
- [Zat,00]** Zattarin P, Baczmański A, Lipiński P and Wierzbowski K. Arch. Metall. **V45** (2000) 163.



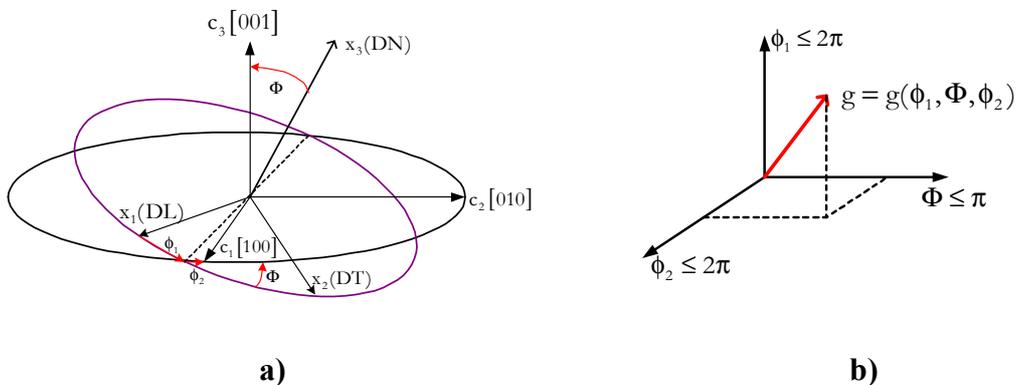
# Annexes

## Annexe A1 : Description de la texture cristallographique

Un agrégat polycristallin est composé de plusieurs cristallites avec différentes orientations du réseau cristallin par rapport à l'échelle de la pièce. La description habituelle de l'orientation du réseau cristallin est basée sur les indices de Miller (Fig A1.1). La notation  $\{hkl\}\langle mno \rangle$  utilisée représente les plans cristallographiques parallèles à la surface de la pièce et les directions parallèles à l'axe  $x_1$  du repère de la pièce ( $x_1$  est défini comme étant une direction caractéristique pour une pièce donnée, par exemple  $x_1 \parallel$  DL-Direction de laminage). Les indices de Miller sont utilisés pour indiquer les orientations préférentielles de la texture, mais elles ne fournissent pas une information complète concernant la distribution statistique des orientations.



**Fig A1.1.** Orientation du réseau cristallin  $C$  par rapport au repère de la pièce  $X$  en utilisant les indices de Miller. L'orientation  $(110)\langle 001 \rangle$  est montrée, le plan  $(110)$  est parallèle à la surface de la pièce et la direction  $[001]$  est parallèle à DL.



**Fig A1.2.** Définitions des angles d'Euler a) et de l'espace d'Euler b). Pour une pièce laminée, son repère  $X$  peut être défini par la direction de laminage (DL) et la direction normale (DN).

Une description plus générale de la texture est donnée par la fonction de densité des orientations cristallines (Fdoc) définie dans l'espace d'Euler (Fig A1.2a). En effet, l'orientation cristalline du grain est décrite en utilisant seulement les trois angles d'Euler, pour  $g = (\phi_1, \Phi, \phi_2)$ , où  $0 \leq \phi_1, \phi_2 \leq 2\pi$  et  $0 \leq \Phi \leq 2\pi$  ([Bun, 82]). En réalisant la rotation du repère X de la pièce par ces angles, le repère de la pièce peut être rapporté aux coordonnées associées au réseau cristallin (Fig A1.2.a).

La matrice de transformation du système X de la pièce au repère du réseau cristallin C est exprimée par les angles d'Euler :

$$a^g = \begin{bmatrix} \cos \phi_1 \cos \phi_2 - \sin \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_1 \cos \phi_2 + \cos \phi_1 \sin \phi_2 \cos \Phi & \sin \phi_2 \sin \Phi \\ -\cos \phi_1 \sin \phi_2 - \sin \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & -\sin \phi_1 \sin \phi_2 + \cos \phi_1 \cos \phi_2 \cos \Phi & \cos \phi_2 \sin \Phi \\ \sin \phi_1 \sin \Phi & -\cos \phi_1 \sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix} \quad (A1.1)$$

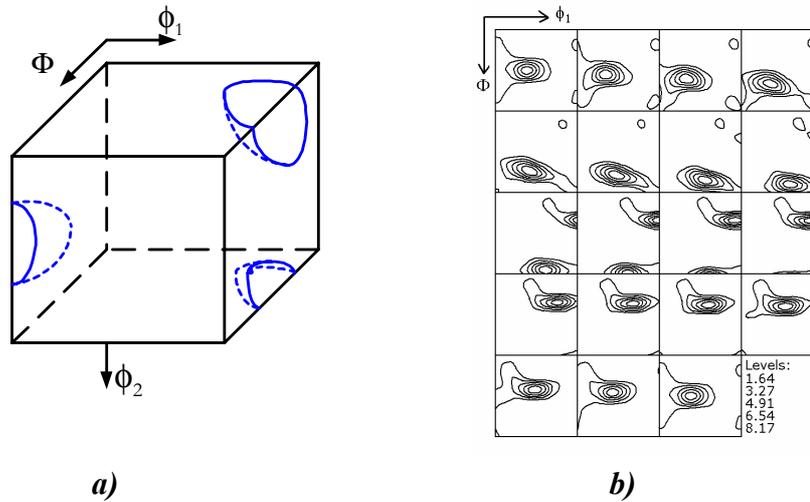
La représentation la plus simple des trois angles  $(\phi_1, \Phi, \phi_2)$  est de les représenter dans le système tridimensionnel de coordonnées cartésiennes (Fig A1.2.b)). L'espace créé dans ce cas spécifique est l'espace d'Euler qui représente une cartographie  $g = (\phi_1, \Phi, \phi_2)$  pour toutes les orientations possibles des grains, c'est-à-dire que chaque orientation est représentée par un point de coordonnées  $\phi_1, \Phi$  et  $\phi_2$ . Pour décrire l'anisotropie d'un matériau polycristallin, la Fdoc  $f(\phi_1, \Phi, \phi_2)$  est définie dans l'espace d'Euler comme suit:

$$f_g = \frac{1}{8\pi^2} f(\phi_1, \Phi, \phi_2) \sin \Phi d\phi_1 d\Phi d\phi_2 = \frac{1}{8\pi^2} f(g) dg \quad (A1.2)$$

où :  $\sin \Phi d\phi_1 d\Phi d\phi_2 = dg$  est le volume élémentaire dans l'espace d'Euler,  $f_g = \frac{dV_g}{V}$  est la fraction volumique de tous les grains ayant leurs orientations entre  $\phi_1$  et  $\phi_1 + d\phi_1$ ,  $\Phi$  et  $\Phi + d\Phi$  et  $\phi_2$  et  $\phi_2 + d\phi_2$  (ou encore entre  $g$  et  $g+dg$ ).

La fonction ci-dessus fournit une information statistique complète concernant la distribution des orientations des grains. Généralement, une fonction de texture tridimensionnelle est représentée en sections bidimensionnelles à travers l'espace d'Euler, avec un pas de rotation de  $5^\circ$  selon les axes  $\phi_1$  ou  $\phi_2$  (Fig A1.3). Dans chaque section, les lignes de contour pour une Fdoc constante sont tracées. Grâce à la symétrie de la cristallite et de la pièce étudiée, qui impose une symétrie de la Fdoc, seules des régions spécifiques de l'espace d'Euler seront représentées. Pour les symétries des réseaux cubiques et orthorhombique, l'espace élémentaire est défini par les limites où  $0 \leq \phi_1, \Phi, \phi_2 \leq \pi/2$ . Le tracé de la Fdoc permet de trouver les orientations cristallographiques préférentielles (le maximum de la fonction de texture) et par ailleurs, les

informations quantitatives qu'elle fournit sont utiles pour la description de l'anisotropie de toutes les propriétés du matériau.



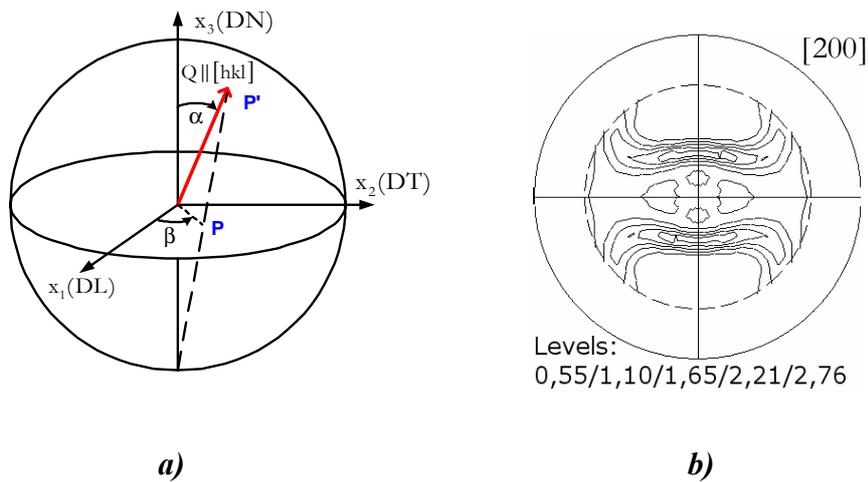
**Fig A1.3.** Définition d'une partie tridimensionnelle élémentaire de l'espace d'Euler **(a)** et la fonction de distribution des orientations d'une nuance de cuivre laminée à froid avec un taux de réduction de 70% ([Bac,05]) **(b)**. Des sections bidimensionnelles à travers l'espace d'Euler sont représentées avec un pas constant de  $5^\circ$  selon l'axe  $\phi_2$ .

La fonction de la texture peut être déterminée après une investigation directe sur les orientations de chaque cristallite en utilisant la méthode EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) ([Sch,00]).

Il est également possible de calculer une Fdoc approximative par des fonctions de distribution des directions obtenues expérimentalement  $P_{\{hkl\}}(\alpha, \beta)$ . La fonction de distributions des directions dépend des coordonnées polaires  $\alpha$  et  $\beta$  qui caractérisent les orientations d'une projection stéréographique de la normale au plan (hkl) par rapport au système de coordonnées X (Fig A1.3.a). La fonction  $P_{\{hkl\}}(\alpha, \beta)$  est donnée par l'équation ([Bun,82]):

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{2\pi} P_{\{hkl\}}(\alpha, \beta) \sin \alpha d\alpha d\beta = \frac{1}{2\pi} P_{\{hkl\}}(\alpha, \beta) d\omega \quad (A1.3)$$

où :  $\frac{dV}{V}$  est la fraction volumique de tous les grains ayant leurs normales aux plans {hkl} dans les plages  $(\alpha, \alpha + d\alpha)$  et  $(\beta, \beta + d\beta)$ , c'est-à-dire dans la portion  $d\omega = \sin \alpha d\alpha d\beta$ .

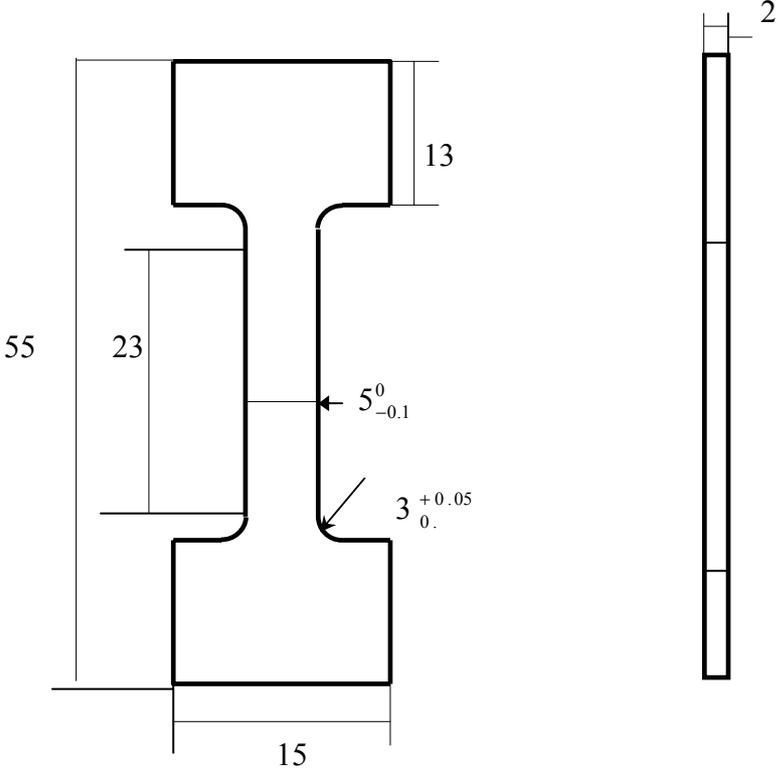


**Fig A1.4.** Projection stéréographique de la direction  $[hkl]$ , le point  $P$  (a) et un exemple de figure de pôle d'un alliage de cuivre ([Bac,05]) (b).

Généralement, la fonction  $P_{\{hkl\}}(\alpha, \beta)$  est représentée comme une figure de pôle utilisant les projections stéréographiques des directions normales aux plans  $\{hkl\}$ . Similairement aux sections des Fdoc, les « isolignes » de la fonction de distribution des directions sont tracées (Fig A1.3.b). L'idée de mesure de la figure de pôle est basée sur le fait que seules les cristallites pour lesquels les vecteurs de diffraction sont perpendiculaires à la normale des plans cristallographiques  $\{hkl\}$  vont contribuer à la diffraction. Pour ces plans, la condition de Bragg doit être vérifiée. Par conséquent, l'intensité du faisceau réfléchi est proportionnelle à la fraction volumique de tous les grains ayant des normales aux plans  $\{hkl\}$  parallèles au vecteur de diffraction, c'est-à-dire l'intensité est proportionnelle à la fonction  $P_{\{hkl\}}(\alpha, \beta)$ .

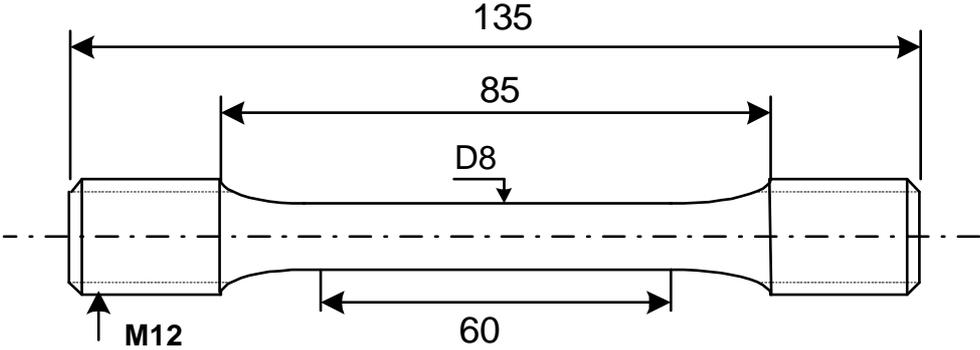
A partir de la mesure de cette intensité pour différents angles  $\alpha$  et  $\beta$ , et pour un angle  $2\theta$  constant, la fonction de densité des directions est déterminée. Les figures de pôles peuvent être calculées en utilisant la DRX ou par la diffraction des neutrons. Finalement, les Fdoc peuvent être calculées en utilisant plusieurs figures de pôle. Pour cet objectif, différents algorithmes de calcul ont été développés ([Bun,82] ; [Mat,82] ; [Paw,86] ; [Pos,88]). Dans ce travail, la méthode de « WIMV » est utilisée pour l'analyse de la texture ([Kal,90]).

# Annexe A2 : Dimensions des éprouvettes de traction et compression

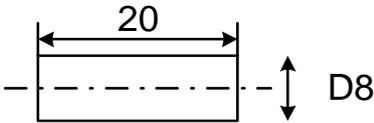


- L'épaisseur est de 2mm,
- La tolérance générale est de  $\pm 0,1$

**Fig A2.1** Eprouvette de traction pour diffraction des rayons X (Dimensions en mm)



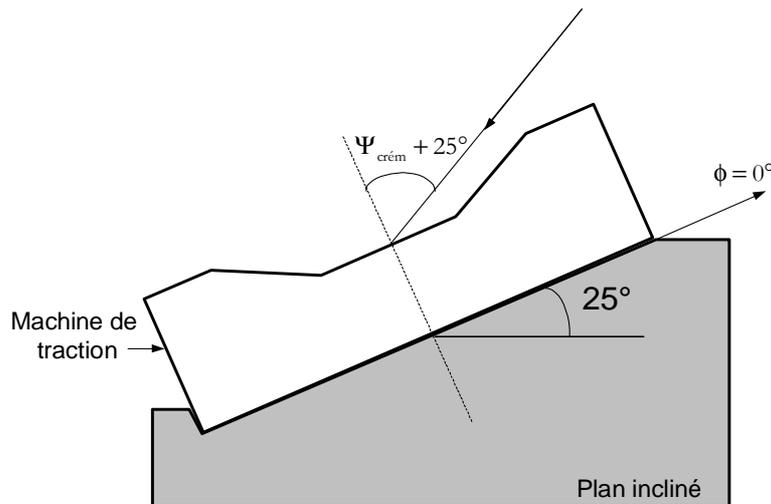
**Fig A2.2** Eprouvette de traction pour diffraction neutronique (Dimensions en mm)



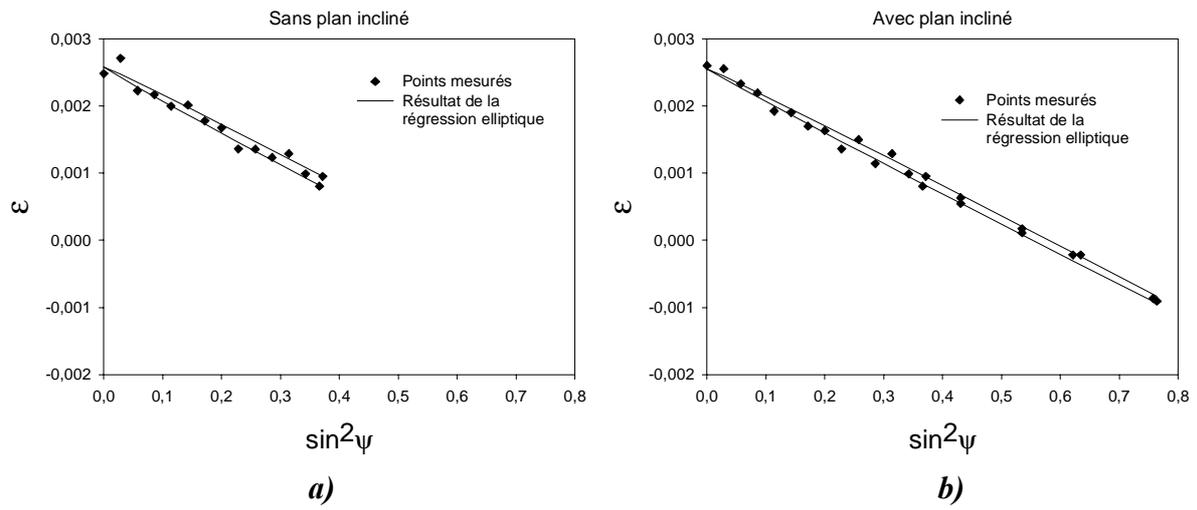
**Fig A2.3** Eprouvette de compression pour diffraction neutronique (Dimensions en mm)

## Annexe A3 : Montage de mesure sur le diffractomètre SetX

Le goniomètre utilisé permettant d'effectuer les oscillations en  $\Psi$  est limité pour des angles  $-42^\circ \leq \Psi \leq 42^\circ$ . L'acier austéno-ferritique étudié étant texturé, il était nécessaire d'effectuer la mesure sur une gamme de  $\Psi$  suffisante afin d'obtenir des courbes des  $\sin^2 \Psi$  plus complètes. Il est possible d'utiliser le diffractomètre SEIFERT disponible au LIM qui peut assurer un balayage en  $\Psi$  permettant d'atteindre des angles élevés ( $\pm 64^\circ$ ). Mais, comme la mesure d'une composante de contrainte est beaucoup plus rapide en utilisant le SETX (en moyenne 1h30 au SetX contre 8h environ avec le seifert) et vu la disponibilité de l'équipement, un dispositif permettant d'élargir la gamme des angles a été conçu. Il s'agit d'un plan incliné d'un angle de  $25^\circ$  (Fig A3.1). La machine de traction «*in situ*» se place sur ce plan, et la mesure s'effectue en deux temps pour la direction de mesure  $\phi$  souhaitée en tournant la machine d'un angle  $180^\circ$  par rapport à son centre. Ce dispositif a permis donc de doubler la plage de  $\sin^2 \Psi$  de 0,4 à environ 0,8. Ce montage a été validé par la mesure des contraintes, sans et avec le plan incliné, sur un étalon (acier austénitique) et avec des mesures sur poudre sur les deux diffractomètres SetX utilisés. La Fig A3.2 montre les courbes de  $\sin^2 \Psi$  obtenues. Les valeurs de contraintes obtenues sont très voisines.



**Fig A3.1** Plan incliné permettant d'élargir la plage de  $\sin^2 \Psi$  pendant les mesures par DRX



**Fig A3.2** Courbes  $\sin^2\Psi$  sur un échantillon étalon austénitique 316L **a)** sans plan incliné ( $\sigma=647 \pm 28$  MPa) **b)** avec plan incliné ( $\sigma=635 \pm 25$  MPa)

## Annexe A4 : Reproductibilité des analyses de diffraction sous charge

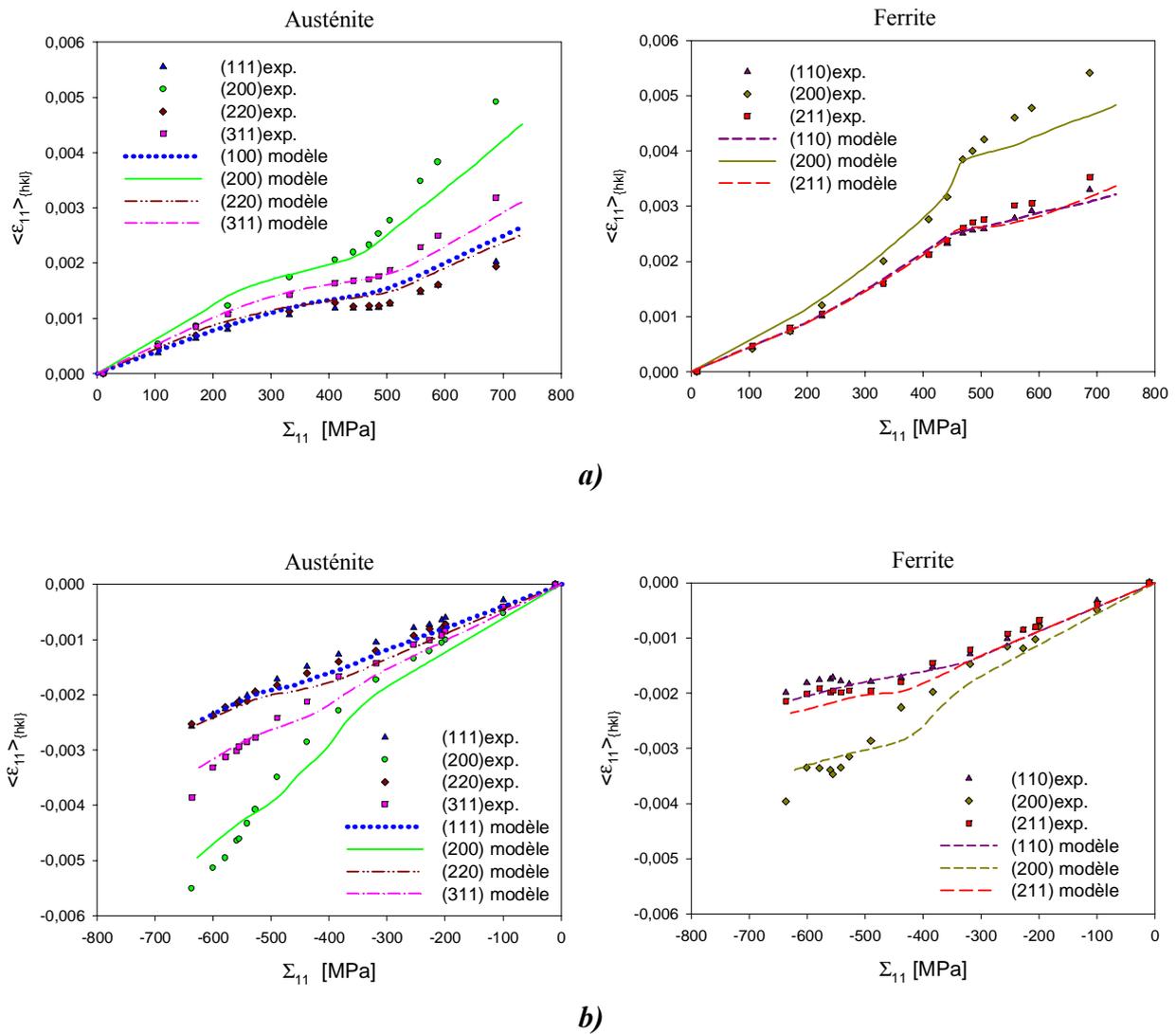
Afin de vérifier la reproductibilité des résultats expérimentaux de contraintes, pour tous les essais de traction « *in situ* » sous le diffractomètre des rayons X réalisés dans les chapitres 4 et 6, un deuxième essai est effectué systématiquement sur une deuxième éprouvette prélevée et préparée de la même manière que celle réalisée dans les 1<sup>ers</sup> essais. Les déterminations des contraintes dans le deuxième essai sont effectuées dans les différentes gammes de déformation (élastique, élastoplastique et plastique). On a vérifié que pour toutes les éprouvettes et pour approximativement un même chargement macroscopique appliqué, on obtient quasiment les mêmes valeurs de contraintes dans la gamme de déformation élastiques des deux phases et l'écart entre les valeurs de contraintes obtenues dans les deux essais dans les gammes élastoplastiques et plastiques ne dépassent pas les 40 MPa. C'est un écart acceptable comparé aux valeurs de contraintes élevées obtenus dans ces gammes de déformation.

Une comparaison des valeurs de contraintes obtenues par DRX sous le chargement de traction « *in situ* » pour différents niveaux de chargements macroscopiques, pour la nuance d'acier UR45N est présentée dans le tableau A4.1.

Dans le cas de la diffraction des neutrons, et afin de déterminer l'évolution des déformations élastiques au cours des deux chargements uniaxiaux de traction et de compression, deux essais ont été effectués pour chaque mode de chargement avec deux montages différents (cf. paragraphe 5.3.1.) Ces essais nous ont permis de refaire les mesures de déformations dans la direction axiale. La figure A4.1 présente les résultats expérimentaux de l'évolution des déformations axiales en traction et en compression obtenus pour les deuxièmes éprouvettes, confrontées aux résultats du modèle auto-cohérent élastoplastique en supposant les mêmes conditions et paramètres de plasticité que celles dans les Figs 5.12a et 5.13a et dans les tableaux 4.1 et 5.3 Une bonne reproduction des points mesurés est obtenue que ce soit dans l'essai de traction ou en compression, et un bon accord est obtenu entre les résultats théoriques est expérimentaux.

UR45N	$\sigma_{11}^{\gamma}$ (MPa) $\pm 20$ MPa		$\sigma_{11}^{\alpha}$ (MPa) $\pm 20$ MPa	
	1 <sup>er</sup> essai	2 <sup>ème</sup> essai	1 <sup>er</sup> essai	2 <sup>ème</sup> essai
$\Sigma_{11}^{\text{appl}} \approx 200$ MPa	209	198	280	315
$\Sigma_{11}^{\text{appl}} \approx 340$ MPa	241	270	430	413
$\Sigma_{11}^{\text{appl}} \approx 550$ MPa	412	384	753	731

**Tableau A4.1** Exemple de données de reproductibilité des valeurs de contraintes mesurées au cours d'un essai « *in situ* » de traction par DRX pour l'acier UR45N.

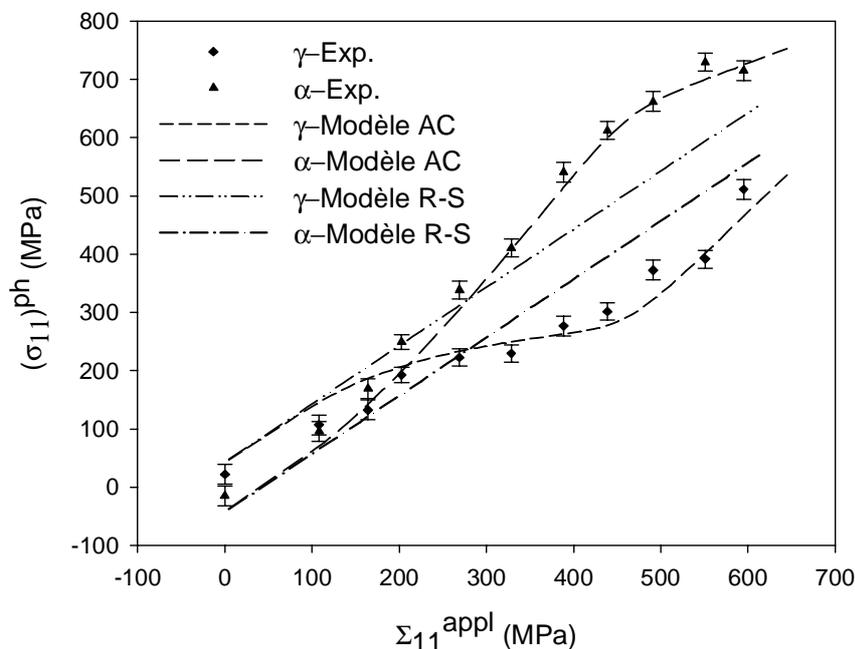


**Figure A4.1.** *Reproductibilité des résultats expérimentaux et théoriques des déformations élastiques  $\epsilon_{11}^{ph}(hkl)$  des essais de traction (a) et de compression (b) Diffraction des neutron, acier UR45N.*

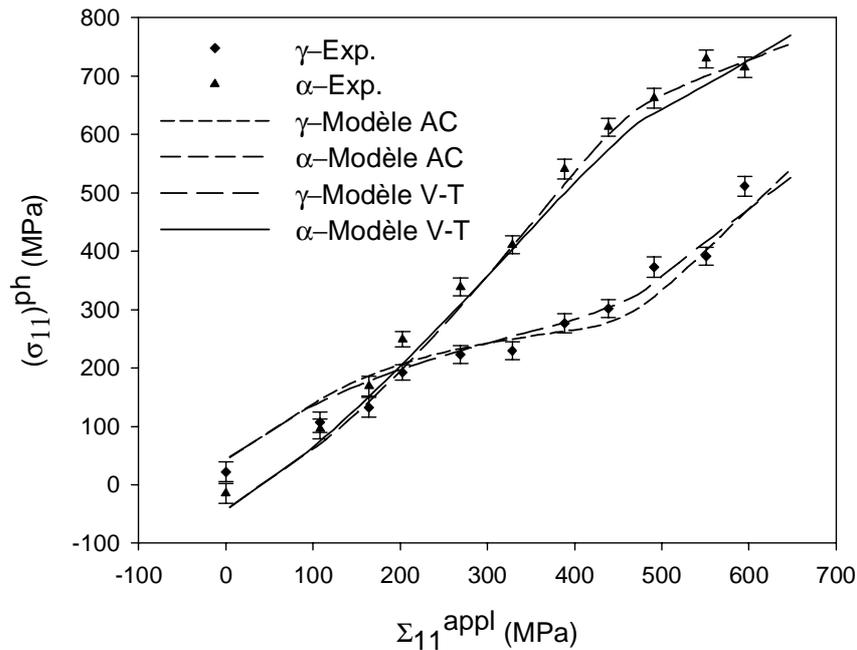
## Annexe A5 : Comparaison des modèles

Les modèles de transition d'échelle de Reuss-Sachs ([Reu,29], [Sac,28]), de Voigt-Taylor ([Voi,28], [Tay,38]) et auto-cohérent (cf. paragraphe 1.3) ont été appliqués pour prédire la déformation élastoplastique. Dans ces modèles, différents types de tenseurs de localisation (**A** ou **B**) ont été utilisés (cf. Eq 1.32). Dans le cas du modèle de déformation élastique de Reuss (ou plastique de Sachs), la contrainte est supposée homogène dans tous les grains appartenant aux deux phases du polycristal et donc  $\mathbf{B} = \mathbf{I}$  (où  $\mathbf{I}$  est le tenseur identité). L'hypothèse de déformation uniforme conduit à  $\mathbf{A} = \mathbf{I}$  pour les deux phases est utilisée dans le modèle de déformation élastique de Taylor (ou plastique de Voigt). Une prédiction plus réaliste des tenseurs de localisation ou de concentration (**A** ou **B**) est obtenue en considérant le grain comme une inclusion entourée par une matrice homogène (cf. paragraphe 1.3). La comparaison modèle/expérience est effectuée pour les trois modèles avec la procédure détaillée dans les paragraphes 4.2.2 et 4.3.3.

Il est évident que le modèle de Reuss-Sachs (R-S), basé sur une hypothèse de contrainte uniforme dans tous les grains fournira les résultats les plus éloignés de la réalité et qui ne coïncideront pas avec les résultats expérimentaux sur l'acier duplex austéno-ferritique étudié (Fig A5.1). La comparaison des résultats sera donc basée sur les prédictions du modèle de Voigt-Taylor (V-T) et le modèle auto-cohérent (A-C) (Fig A5.2).



**Fig A5.1.** Résultats de l'essai de traction « in situ » obtenus par DRX. Le chargement est appliqué le long de DT. Les contraintes  $\sigma_{33}^{ph}$  sont supposées nulles. Les contraintes résiduelles initiales du tableau 4.7 sont introduites dans les calculs. Les deux modèles de transition d'échelle A-C (Auto-cohérent) et R-S (Reuss-Sachs) sont comparés.



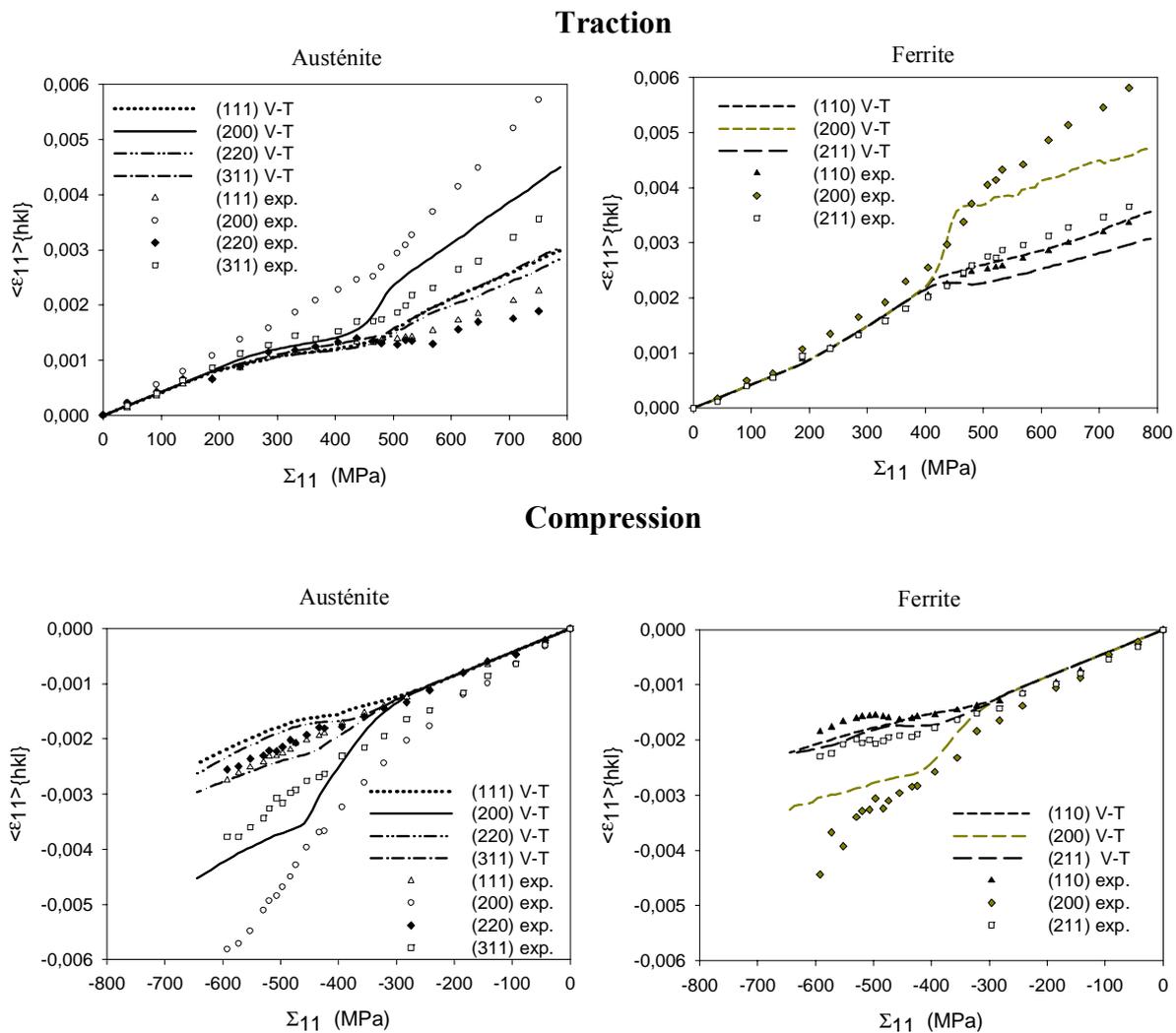
**Fig A5.2.** Résultats de l'essai de traction « in situ » obtenus par DRX. Le chargement est appliqué le long de DT. Les contraintes  $\sigma_{33}^{ph}$  sont supposées nulles. Les contraintes résiduelles initiales du tableau 4.7 sont introduites dans les calculs. Les deux modèles de transition d'échelle A-C (Auto-cohérent) et V-T (Voigt-Taylor) sont comparés.

	<b>Modèle A-C (Auto-cohérent)</b>	<b>Modèle V-T (Voigt-Taylor)</b>
$\tau_c^\circ(\gamma)$ (MPa)	120	90
$\tau_c^\circ(\alpha)$ (MPa)	245	220
$H(\gamma)$ (MPa)	200	200
$H(\alpha)$ (MPa)	80	80

**Tableau A5.1.** Paramètres de la déformation plastique de l'acier UR45N, pour différents modèles théoriques de transition d'échelles, déterminés en introduisant la texture initiale déterminée par DRX (contraintes résiduelles initiales d'après le tableau 4.7 et  $\sigma_{33}^{ph}=0$ ). Résultats expérimentaux obtenus par DRX.

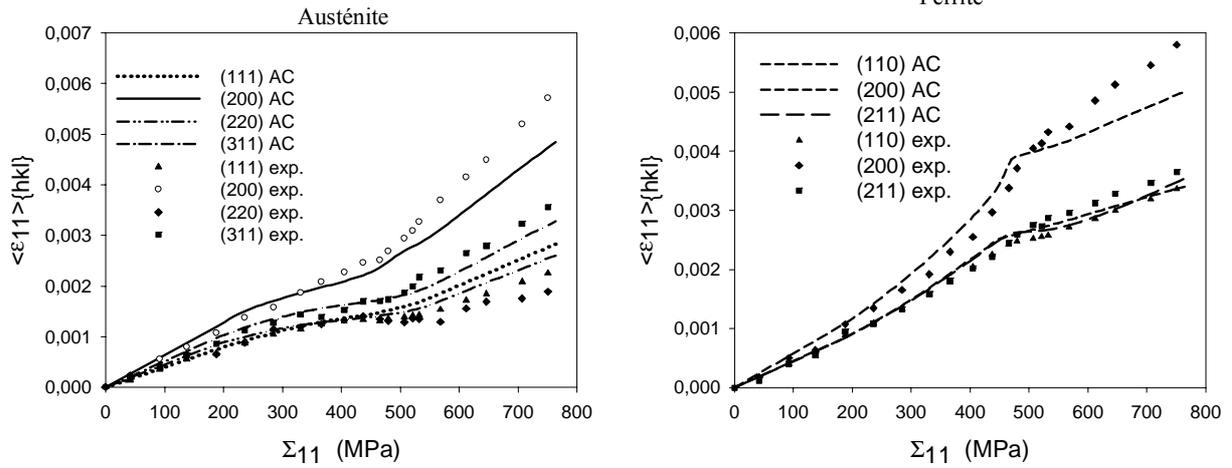
Analysons les résultats obtenus par les deux modèles T-V et A-C pour l'essai de traction « in situ » sous DRX et les deux essais de traction et de compression obtenus par la diffraction neutronique. On remarque que dans le cas des mesures par DRX et pour les deux rais  $\{311\}$  et  $\{211\}$  étudiées respectivement pour l'austénite et la ferrite, un bon accord expériences/modèles est obtenu avec les deux modèles (T-V et A-C). Par contre, une différence est obtenue dans les paramètres de plasticité de chaque phases (Tableau A7.1). Le modèle de R-S diverge et ne correspond pas aux données expérimentales. Le modèle R-S est incapable de prédire la déformation plastique (en donnant des évolutions linéaires de la déformation élastique en

fonction de la contrainte appliquée, car les contraintes d'incompatibilité ne sont pas produites dans ce modèle). Dans le cas des essais de traction et de compression, on remarque que le modèle A-C permet une meilleure prédiction de la répartition des déformations élastiques sur la plupart des raies de diffraction étudiées par diffraction des neutrons et que les résultats de prédiction du modèle V-T sont éloignés des données expérimentales que ce soit dans la gamme de déformation élastique ou plastique (Fig A5.3 et A5.4). Le modèle de V-T est incapable de prédire la gamme de déformation élastique (il donne les mêmes déformations pour toutes les raies de diffraction, ce qui ne correspond pas du tout aux résultats expérimentaux). Une différence de paramètres de plasticité est obtenue entre les deux modèles (Tableau A5.2).

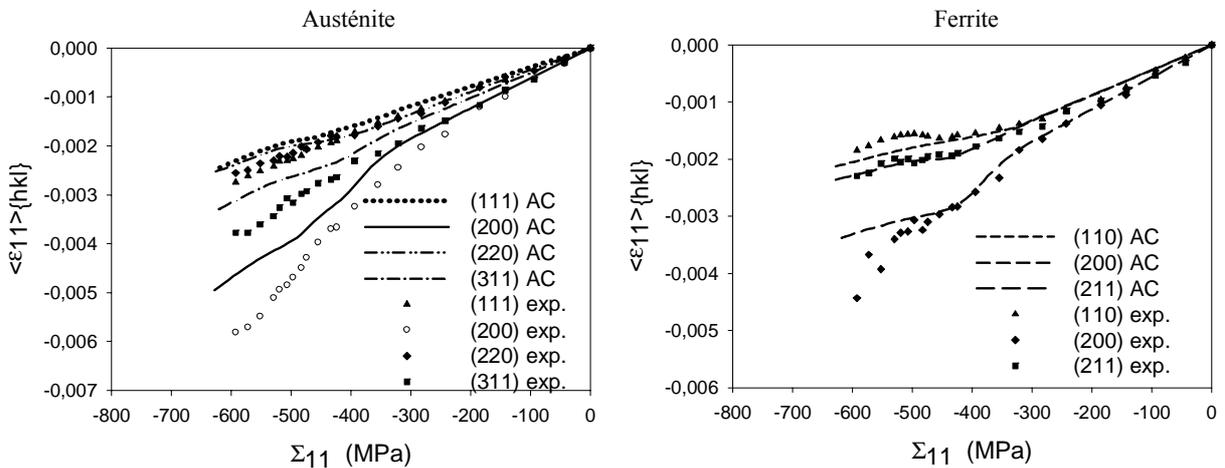


**Fig A5.3.** Les déformations élastiques ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) dans la direction de chargement (DT) de traction et de compression en fonction de la contrainte appliquée  $\Sigma_{11}$  (points expérimentaux), obtenues par diffraction des neutrons pour différents plans réticulaires (hkl), sont comparées aux résultats du modèle Voigt-Taylor (lignes). La texture cristallographique de l'acier à l'état hypertrempé (Fig 4.3) et les contraintes résiduelles initiales déterminées par la DRX (Tableau 5.2) sont utilisées dans les calculs.

## Traction



## Compression



**Fig A5.4** Comparaison similaire à celle de la figure A5.3 mais en utilisant le modèle auto-cohérent.

Nous remarquons également que dans le cas du modèle de V-T et pour les deux familles de plans  $\{311\}$  et  $\{211\}$  de l'austénite et la ferrite respectivement, les résultats théoriques ont fourni une prédiction satisfaisante des déformations élastiques mesurées par diffraction neutronique (Fig A5.4). C'est également le cas pour les résultats de traction obtenus par DRX pour ces deux raies particulières (Fig A5.2). Cependant, le désaccord du modèle V-T avec les résultats expérimentaux est considérable dans le cas des autres raies étudiées (Fig A5.3). Ce résultat montre l'intérêt d'utiliser la méthode de temps-de-vol en utilisant la diffraction neutronique afin d'avoir simultanément l'information sur plusieurs raies de diffraction lors d'un essai mécanique et de ne pas se contenter d'une seule raie pour chaque phase pendant l'analyse des résultats par les modèles théoriques et la détermination des paramètres de plasticité des phases de l'acier étudié. Les résultats expérimentaux obtenus par diffraction des neutrons ont pu vérifier que le modèle V-T ne donne pas une prédiction correcte des interactions entre les grains.

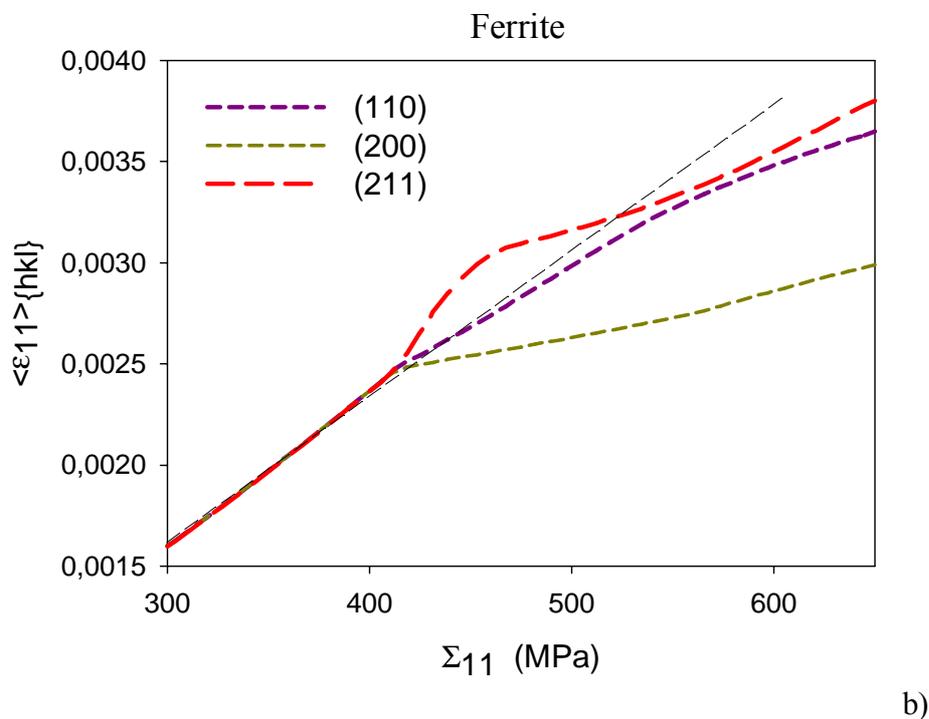
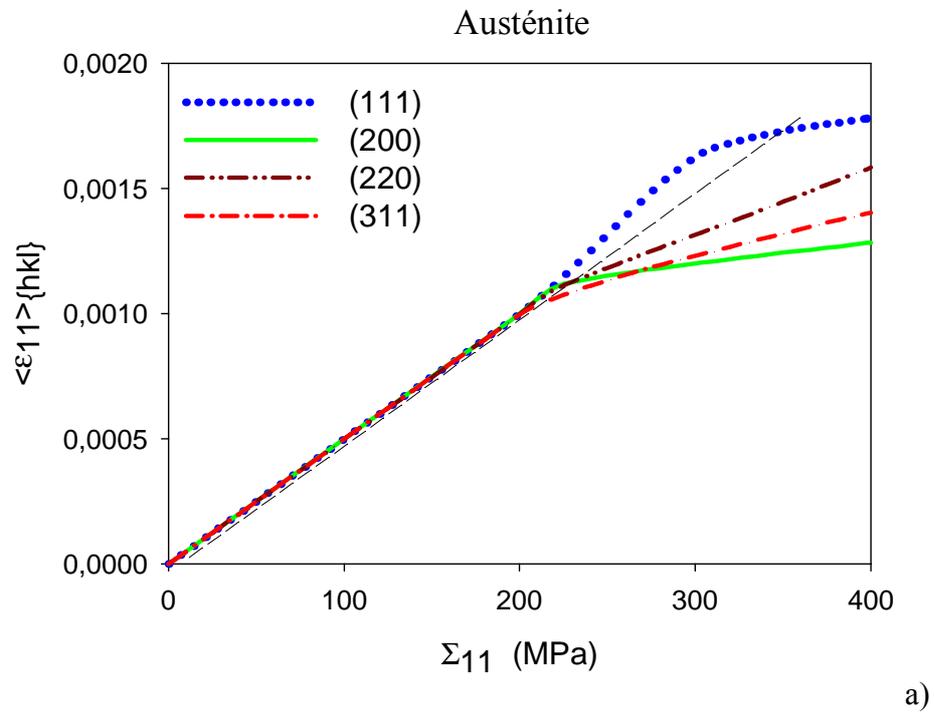
Le modèle A-C, permettant d'obtenir de meilleur accord avec les résultats expérimentaux obtenus à la fois par DRX et par diffraction des neutrons sur la plupart des raies de diffraction

analysées, est donc le modèle retenu dans ce travail afin d'analyser le comportement mécanique des phases de l'acier inoxydable austéno-ferritique étudié.

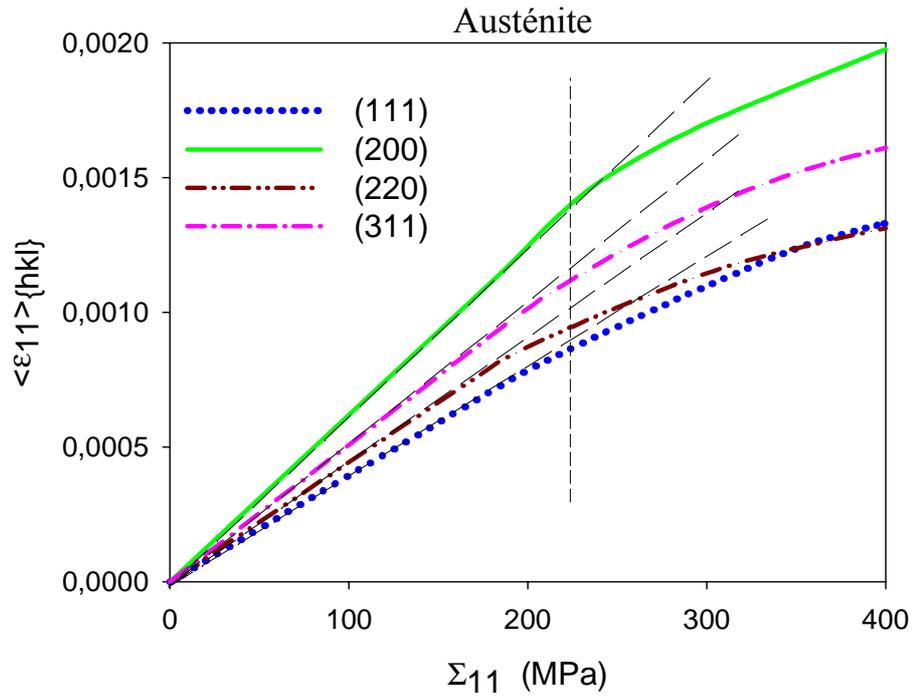
	<b>Modèle A-C (Auto-cohérent)</b>		<b>Modèle V-T (Voigt-Taylor)</b>	
	<b>Traction</b>	<b>Compression</b>	<b>Traction</b>	<b>Compression</b>
$\tau_c^\circ(\gamma)$ (MPa)	140	120	115	95
$\tau_c^\circ(\alpha)$ (MPa)	220	200	200	180
$H(\gamma)$ (MPa)	200	200	180	180
$H(\alpha)$ (MPa)	120	120	100	100

**Tableau A5.2.** Paramètres de la déformation plastique de l'acier UR45N pour les essais de traction et de compression effectués par la diffraction neutronique, pour différents modèles théoriques de transition d'échelles, déterminés en introduisant la texture initiale déterminée par DRX (contraintes résiduelles initiales d'après le tableau 4.7).

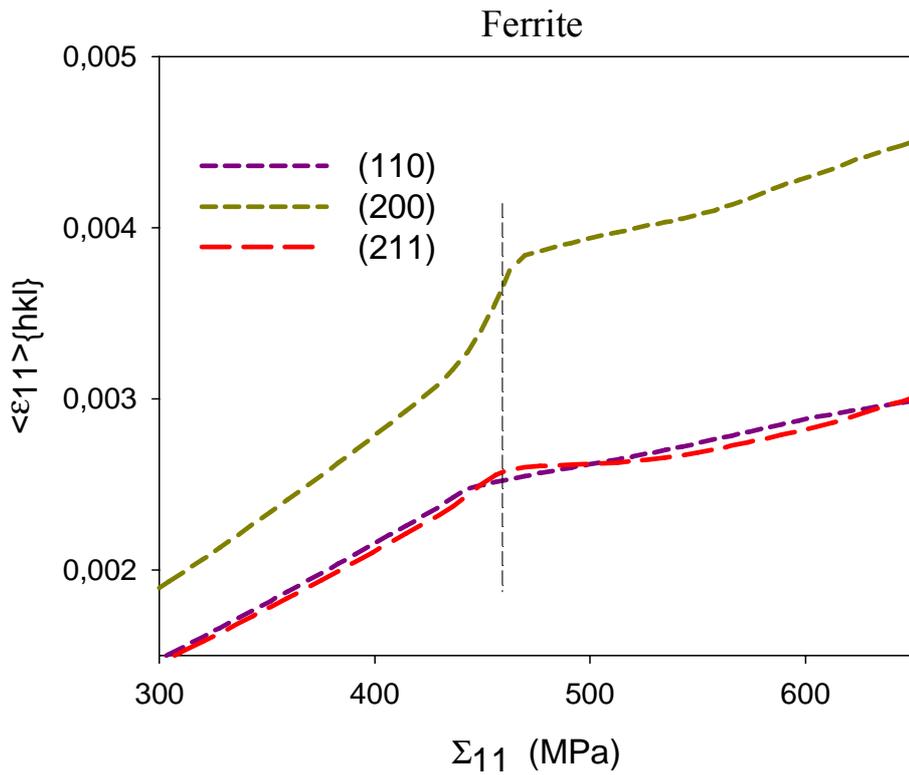
## Annexe A6 : Agrandissement des courbes



**Fig A.6.1.** Déformations élastiques ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) pour chaque familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$ . Les calculs sont effectués en introduisant des constantes élastiques isotropes (Tableau 5.5). (a) Austénite et (b) Ferrite.



a)



b)

**Fig A6.2.** Déformations élastiques ( $\langle \varepsilon_{11} \rangle_{\{hkl\}}$ ) a) dans chaque familles de plans réticulaires  $\{hkl\}$ . Les calculs sont effectués en introduisant des constantes élastiques anisotropes (Tableau 4.1). (a) Austénite et (b) Ferrite.