



AVERTISSEMENT

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

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

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

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

LIENS

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg_droi.php

<http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm>

THÈSE

Pour l'obtention du titre de :

DOCTEUR de L'UNIVERSITÉ DE LORRAINE

Spécialité: Sciences des Matériaux

Présentée par :

AMANDINE ROTH

Etude multi-échelles de l'hétérogénéité et de l'anisotropie de la déformation plastique : cas des aciers TWIP et du Ti- α .

Thèse soutenue publiquement le 07 avril 2014 à Metz devant le jury composé de :

| | | |
|-----------------------------|------------------------------------------------------------------------------|-----------------------|
| Samuel Forest | Directeur de Recherche, CNRS, Centre des Matériaux, Mines Paristech, Evry | Rapporteur |
| Laurent Delannay | Chercheur qualifié FNRS, Université Catholique de Louvain, Belgique | Rapporteur |
| Ladislav Kubin | Directeur de Recherche CNRS Emérite, LEM, CNRS-ONERA, Châtillon | Examineur |
| Jean-Philippe Chateau-Cornu | Maître de Conférences HDR, Université de Lorraine, IJL, Nancy | Examineur |
| Mikhail Lebedkin | Directeur de Recherche CNRS, LEM3, Metz | Directeur de thèse |
| Thiebaud Richeton | Chargé de Recherche CNRS, LEM3, Metz | Co-directeur de thèse |

LEM3 : Laboratoire d'étude des microstructures et de mécanique des matériaux

Pôle M4 : Matière, matériaux, métallurgie, mécanique

Remerciements

Je tiens en premier lieu à exprimer toute ma gratitude envers mon directeur de thèse Mikhail Lebedkin et mon co-directeur Thiebaud Richeton pour l'encadrement exemplaire dont j'ai bénéficié pendant ces trois années. Je vous remercie pour tout le temps que vous avez consacré à me former au métier de chercheur et à me faire partager votre vision de la recherche : j'ai beaucoup appris à travailler à vos côtés, cela a été un réel plaisir.

J'adresse mes sincères remerciements à messieurs Samuel Forest et Laurent Delannay pour avoir accepté la tâche de rapporter mon travail de thèse ainsi qu'à monsieur Jean-Philippe Chateau-Cornu pour avoir examiné avec attention ce travail. Je tiens à remercier monsieur Ladislav Kubin pour avoir présidé mon jury de thèse ainsi que pour les différents échanges que nous avons eus par ailleurs.

Un travail expérimental n'aboutirait certainement pas sans l'appui technique de nombreuses personnes : merci donc à Patrick Moll, Jérôme Slowensky, Auriane Mandrelli et Jean-Sébastien Lecomte pour leur aide précieuse.

Je remercie toutes les personnes que j'ai côtoyées lors de ces trois années au LEM3, qui m'ont aidé de près ou de loin à mener à bien ce travail. Merci en particulier à mes collègues de bureau Nathalie et Idriss pour leur gentillesse et les nombreux cafés partagés. Merci également à tous les doctorants pour l'entraide technique et morale au jour le jour, et avec qui j'ai partagé de bons moments, surtout à l'heure du déjeuner. Merci en particulier à Cécile (girl power !) pour son amitié, de nos grandes discussions à nos moments de franche rigolade, ainsi que pour les balades revigorantes après le déjeuner qui me manqueront. Je tiens à remercier de plus le personnel administratif du LEM3 pour leur disponibilité et leur aide dans les démarches diverses.

J'adresse par ailleurs un grand merci à Tatiana Lebedkina pour sa gentillesse, ses conseils et ses encouragements.

Pour finir, je remercie mes amis et ma famille, en particulier mes parents et ma sœur pour leur soutien indéfectible depuis le début de mes études, ainsi que mon compagnon Clément pour ses encouragements et pour avoir partagé avec moi cette grande aventure qu'est la thèse. Ce mémoire leur est dédié.

Table des matières

| | |
|---------------------------------------------------------------------------|-----------|
| Introduction | 9 |
| 1. Bibliographie | 13 |
| <i>1.1. Défauts cristallins – porteurs de plasticité.....</i> | <i>13</i> |
| 1.1.1. Notions de base | 14 |
| 1.1.2. Conclusions | 26 |
| <i>1.2. Phénomènes collectifs en plasticité</i> | <i>26</i> |
| 1.2.1. Instabilités macroscopiques..... | 28 |
| 1.2.1.1. Bandes de Piobert-Lüders | 28 |
| 1.2.1.2. Effet Portevin – Le Chatelier | 29 |
| 1.2.1.3. Autres mécanismes d'instabilité plastique. Rôle du maillage..... | 34 |
| 1.2.2. Intermittence à petite échelle..... | 35 |
| 1.2.3. Ondes plastiques..... | 37 |
| <i>1.3. Approche des systèmes non linéaires</i> | <i>38</i> |
| <i>1.4. Comportement de matériaux étudiés dans la thèse</i> | <i>40</i> |
| 1.4.1. Aciers TWIP..... | 40 |
| 1.4.1.1. Mécanismes microscopiques | 43 |
| 1.4.1.2. Instabilité plastique dans des aciers TWIP..... | 44 |
| 1.4.1.3. Mécanismes de l'écrouissage | 48 |
| 1.4.2. Titane..... | 51 |
| 1.4.3. Questions ouvertes | 57 |
| <i>1.5. Formulation du problème</i> | <i>58</i> |
| 2. Techniques expérimentales | 61 |
| <i>2.1. Essais de traction.....</i> | <i>61</i> |
| 2.1.1. Principe de l'essai..... | 61 |
| 2.1.2. Caractéristiques des éprouvettes | 63 |
| 2.1.3. Traitement des données | 64 |
| <i>2.2. Extensométrie locale à haute résolution</i> | <i>67</i> |
| 2.2.1. Préparation des échantillons..... | 67 |
| 2.2.2. Principe de la mesure | 68 |

| | | |
|-----------|--------------------------------------------------------------------------------------------------|------------|
| 2.2.3. | Limitations de la technique | 69 |
| 2.2.4. | Exploitation des données..... | 69 |
| 2.3. | <i>Emission acoustique</i> | 73 |
| 2.3.1. | Protocole expérimental..... | 73 |
| 2.3.2. | Post-traitement des données d'émission acoustique | 75 |
| 2.4. | <i>Analyses de la microstructure</i> | 76 |
| 2.4.1. | Préparation des échantillons de titane | 76 |
| 2.4.2. | Analyses EBSD | 78 |
| 2.4.3. | Imagerie pour l'analyse des traces de glissement | 80 |
| 2.4.4. | Analyse des traces de glissement | 80 |
| 2.5. | <i>Nomenclature des échantillons et des conditions expérimentales de chaque essai</i> .. | 83 |
| 2.5.1. | Aciers TWIP..... | 83 |
| 2.5.2. | Titane commercialement pur..... | 84 |
| 3. | Etude multi-échelles de la déformation plastique des aciers TWIP..... | 85 |
| 3.1. | <i>Caractéristiques des bandes de déformation</i> | 86 |
| 3.2. | <i>Déformation critique</i> | 91 |
| 3.3. | <i>Comportement à petite échelle</i> | 97 |
| 3.3.1. | Description générale..... | 97 |
| 3.3.2. | Ondes plastiques..... | 101 |
| 3.3.3. | Intermittence..... | 107 |
| 3.4. | <i>Conclusions</i> | 109 |
| 3.4.1. | Echelle mésoscopique | 109 |
| 3.4.2. | Echelle macroscopique..... | 111 |
| 4. | Etude de la déformation plastique du titane-α commercialement pur | 115 |
| 4.1. | <i>Etude du comportement mécanique</i> | 116 |
| 4.1.1. | Résultats des essais de traction..... | 116 |
| 4.1.2. | Résultats des mesures d'extensométrie locale | 126 |
| 4.1.3. | Analyses de la microstructure | 129 |
| 4.1.4. | Statistiques des facteurs de Schmid | 132 |
| 4.1.5. | Synthèse des observations et discussion | 135 |
| 4.2. | <i>Mécanisme contrôlant l'écroutissage : hypothèses</i> | 138 |

| | |
|--------------------------------------------------------------|------------|
| 4.3. Statistique des traces de glissement..... | 141 |
| 4.3.1. Essais de traction interrompus..... | 141 |
| 4.3.2. Analyses de la microstructure | 143 |
| 4.3.3. Analyse statistique..... | 143 |
| 4.4. Conclusions | 152 |
| Conclusions générales et perspectives de l'étude..... | 157 |
| Annexe | 161 |
| A. Modèle simplifié de Kocks-Mecking..... | 161 |
| Références | 169 |

Introduction

Contexte de l'étude

Dans le monde technologique actuel en évolution perpétuelle, l'élaboration de nouveaux matériaux pour l'industrie présentant d'excellentes propriétés mécaniques, se doit d'être précise et efficace. La compréhension et le contrôle des mécanismes fondamentaux qui régissent la déformation plastique apparaissent donc essentiels pour répondre à cette demande et alimenter des modèles qui décriront au mieux le comportement de ces matériaux en amont de leur conception.

La déformation plastique est assurée par le mouvement et la multiplication de défauts présents dans le matériau, essentiellement les défauts linéaires que sont les dislocations. Depuis les travaux de Volterra [VOL07] au début du XXème siècle qui a introduit le concept de dislocation du point de vue mathématique pour expliquer le comportement mécanique des matériaux en plasticité, l'étude des dislocations a fait l'objet d'intenses recherches. La majeure contribution à ce travail de recherche a sans nul doute été apportée par le physicien Jacques Friedel, qui décrit dans l'ouvrage *Dislocations* paru en 1964 [FRI64] un cadre théorique complet permettant de comprendre le comportement d'une dislocation individuelle. Les dislocations sont mises en mouvement sous l'effet du champ de contraintes local. Leur déplacement peut être entravé par différents obstacles (frottement du réseau cristallin, dislocations immobiles, atomes de solutés, joints d'interfaces,...). La déformation plastique a donc un caractère hétérogène et discontinu à l'échelle de la dislocation individuelle. La théorie classique de la plasticité suppose qu'en faisant une moyenne à des échelles de temps et d'espace suffisamment grandes, on peut considérer que ces hétérogénéités à petite échelle se compensent aléatoirement, résultant en un écoulement homogène et régulier à l'échelle d'un volume suffisamment grand, où éventuellement à l'échelle du matériau, comme observé sur les courbes de déformation apparemment lisses de très nombreux matériaux. Un exemple de cette « homogénéisation » est la loi proposée par Orowan [ORO40], qui relie la vitesse de déformation à la vitesse moyenne et à la densité d'une population de dislocations mobiles. Cependant, grâce à l'amélioration de la résolution des méthodes expérimentales et des moyens de calculs associés aux simulations numériques, il a été constaté que les fluctuations à l'échelle de plusieurs dislocations ne sont pas aléatoires mais sont corrélées d'une certaine manière dans l'espace et dans le temps. En particulier, les techniques d'émission acoustique

[WEI97, MIG07] et d'extensométrie locale [FRES09] développées ces dernières années, ont permis de mettre en avant une grande hétérogénéité et une complexité intrinsèque de la déformation plastique. Celle-ci se manifeste souvent par une invariance d'échelle qui se traduit par des statistiques en loi puissance des paramètres représentatifs de l'évolution du système. Ce type de distribution, caractéristique des systèmes non linéaires à grand nombre de degrés de liberté soumis à une sollicitation lente, implique que la plasticité est contrôlée par le mouvement collectif et auto-organisé d'un grand nombre de dislocations. La prise en compte du comportement collectif des dislocations permet ainsi de décrire de manière plus appropriée le comportement à différentes échelles du matériau et d'expliquer par ailleurs les cas d'instabilités, notamment macroscopiques, que l'on rencontre pour certains d'entre eux. Le développement d'analyses multi-échelles a alors émergé ces dernières années afin de tenir compte des résultats d'expériences obtenues aux différentes échelles.

A cette complexité induite par les interactions des dislocations entre elles et/ou avec des obstacles s'ajoute dans certains matériaux la présence de maclage. Les macles mécaniques sont des défauts volumiques qui induisent par cisaillement une orientation miroir d'une partie d'un grain par rapport au grain parent [FRI64]. Leur formation est généralement décrite comme résultant de mouvements coopératifs de dislocations partielles [CHR95]. La manière dont les macles interagissent avec les autres défauts de la microstructure (dislocations, joints de grains, macles préexistantes, etc.) et les effets que cela peut engendrer sur le comportement mécanique ne sont encore totalement maîtrisés. Les macles présentent en effet une certaine dualité dans la mesure où elles peuvent contribuer au durcissement du matériau en étant des obstacles aux mouvements des dislocations et parfois, au contraire, être responsable d'un adoucissement en réorientant favorablement le réseau cristallin pour le glissement.

Les mécanismes de glissement des dislocations et de maclage se manifestent et interagissent lors de la déformation plastique de nombreux matériaux, n'induisant cependant pas le même comportement dans tous les cas.

Objectifs de l'étude

La présente thèse a pour objectifs de discuter du rôle de ces deux mécanismes dans l'hétérogénéité et l'anisotropie de la déformation plastique, au travers d'une étude expérimentale multi-échelles de deux matériaux à fort potentiel industriel : un acier austénitique présentant l'effet TWIP (TWinning Induced Plasticity) et le titane- α

commerciallement pur. La caractérisation de chaque matériau se fera grâce à des essais de traction à température ambiante (échelle macroscopique), couplés à des mesures d'extensométrie locale à haute résolution et d'émission acoustique (échelles mésoscopique) ainsi que des analyses de microstructure.

Comme l'indique l'acronyme TWIP, les aciers TWIP sont caractérisés par un intense maillage mécanique dans une structure cubique à face centrée, qui leur confère une grande résistance à la rupture et une grande ductilité, bien supérieures à celles des aciers classiques qui ne présentent pas de maillage. Si de nombreux auteurs s'accordent pour expliquer le très grand taux d'érouissage de ces aciers à la présence des macles, le rôle qu'elles peuvent jouer dans l'ensemble de la déformation de ce matériau n'est toutefois pas clair. En effet, la déformation des aciers TWIP est caractérisée par la présence d'une instabilité plastique qui se manifeste par des chutes de contrainte sur la courbe de déformation et dont le mécanisme fait matière à débat. Cette instabilité plastique est généralement attribuée à la manifestation de l'effet Portevin Le Chatelier (PLC). Cependant certaines différences sont clairement apparentes entre les manifestations macroscopiques de l'instabilité dans les matériaux pour lesquels l'effet PLC est bien établi et les caractéristiques de l'instabilité propre aux aciers TWIP. On étendra cette comparaison à des échelles plus fines dans la présente thèse, afin de pouvoir mieux comprendre le mécanisme de ces instabilités et leurs manifestations aux différentes échelles de processus plastiques dans les aciers TWIP.

Le titane α commerciallement pur présente quant à lui un écoulement plastique homogène à l'échelle macroscopique. Sa structure cristallographique hexagonale lui confère une grande anisotropie plastique et favorise la formation de macles mécaniques en raison du faible nombre de systèmes de glissement facile indépendants disponibles. Cela peut donner lieu à des comportements particuliers. Il est connu notamment qu'en conditions de compression, le titane et ses alliages manifestent un comportement en trois stades du taux d'érouissage. Ce type d'évolution est bien différent de la décroissance monotone du taux d'érouissage constatée dans la plupart des matériaux à structure cubique mais est similaire à l'évolution observée dans les aciers TWIP, où il est attribué à des mécanismes basés sur la présence des macles. Cependant, le rôle du maillage dans l'apparition de ce phénomène dans le Ti- α reste matière à débat. Il n'est pas clair non plus s'il n'est caractéristique que des essais de compression ou s'il peut intervenir dans d'autres conditions, notamment en traction. Il conviendra au travers de cette étude de caractériser l'anisotropie de ce matériau et d'identifier les mécanismes responsables de sa déformation et notamment de l'évolution de son taux d'érouissage en conditions de traction.

Le sujet de cette thèse s'inscrit dans le cadre d'un projet de l'Agence Nationale de la Recherche (ANR) intitulé « Plasticité dans les matériaux Hexagonaux : Incompatibilité de Réseau, Conditions d'Interfaces et Lois d'Echelles » (PHIRCILE, ANR 2010 JCJC 0914 01).

Plan du mémoire

Ce mémoire de thèse est divisé en quatre chapitres. Le premier chapitre est consacré à l'étude bibliographique. Après une description des notions de bases nécessaires à la compréhension de la plasticité, la manifestation de phénomènes collectifs en plasticité sera introduite, aussi bien dans le cadre d'instabilités plastiques macroscopiques que pour des matériaux à la déformation plus homogène à cette échelle. Enfin, l'état de l'art autour du comportement mécanique des aciers TWIP et du titane- α commercialement pur sera introduit.

Le deuxième chapitre fera l'objet d'une présentation des méthodes et outils expérimentaux employés pour réaliser l'étude multi-échelles des deux matériaux.

L'étude de la déformation plastique des aciers TWIP sera présentée dans le chapitre trois. Ce chapitre de résultats sera découpé en quatre parties. La première partie proposera une description des caractéristiques des bandes de déformation qui se manifestent à la surface de ce matériau, et qui sont corrélées aux fluctuations de contrainte observées sur les courbes de déformation. L'émergence de cette instabilité plastique sera discutée dans la seconde partie au travers de l'étude de la déformation critique pour laquelle apparaissent les premières fluctuations de contrainte. La troisième partie consistera en une analyse approfondie du comportement à une échelle à la fois spatiale et temporelle réduite, permettant de mettre en avant le caractère intermittent et ondulatoire de la déformation plastique. Enfin les conclusions de cette étude cloront ce chapitre.

Le quatrième chapitre sera dédié à l'étude de la déformation plastique du titane- α commercialement pur. L'étude du comportement mécanique réalisée dans un premier temps permettra de mettre en évidence l'anisotropie prononcée de ce matériau. Sur la base des résultats mécaniques obtenus, une hypothèse de mécanisme contrôlant l'écrouissage sera formulée dans une seconde partie. La troisième partie de ce chapitre consistera alors en une analyse statistique des traces de glissement réalisée lors de nouveaux essais de traction sur le matériau dans l'optique de discuter la validité de l'hypothèse. La discussion de l'ensemble des résultats terminera ce chapitre.

Enfin, une synthèse des résultats obtenus au cours de la thèse sera présentée en conclusion du mémoire, ainsi qu'un ensemble de perspectives pour de futurs travaux.

1. Bibliographie

Ce premier chapitre bibliographique vise à définir le cadre de l'étude menée dans cette thèse. Les mécanismes entrant en jeu dans la plasticité des matériaux, et notamment des deux métaux étudiés qui sont les aciers austénitiques présentant l'effet TWIP (TWinning Induced PLasticity) et le titane commercialement pur, sont au cœur de cette étude. Il convient dans une première partie d'exposer le rôle des défauts cristallins, en particulier des dislocations, dans la déformation plastique. Pour cela, nous rappellerons dans un premier temps quelques notions de base de la plasticité. La seconde partie de ce chapitre sera consacrée au comportement collectif des dislocations. Nous décrirons dans cette partie l'hétérogénéité de la déformation plastique au travers de la présence d'instabilités et de son caractère intermittent. En raison de cette hétérogénéité, la plasticité des matériaux cristallins se doit d'être considérée comme un phénomène non-linéaire, qui ne peut être justement expliqué à l'aide de théories basées sur un écoulement homogène. Pour ces raisons, nous verrons dans la troisième partie quelles sont les approches existantes permettant de décrire les systèmes non-linéaires. La quatrième partie de ce chapitre bibliographique sera ensuite dédiée à l'état de l'art autour des deux matériaux étudiés, puis la cinquième partie viendra clore ce chapitre avec la formulation de la problématique.

1.1. Défauts cristallins – porteurs de plasticité

Lorsqu'un matériau cristallin est soumis à l'action d'une sollicitation mécanique, il se déforme d'abord élastiquement, c'est-à-dire qu'il retrouve sa configuration d'origine si les forces appliquées sont supprimées, puis entre dans le domaine de la plasticité dans lequel il va subir des déformations irréversibles, et ce jusqu'à la rupture. La frontière entre ces deux domaines est la limite d'élasticité. Il s'agit de la contrainte la plus faible nécessaire pour obtenir la déformation plastique la plus petite possible. La limite élastique théorique a été estimée par Frenkel [FREN26] dans un monocristal parfait. Considérant que la déformation plastique correspond au glissement de plans cristallins les uns par rapport aux autres, il a déterminé la contrainte de cisaillement maximale τ_{\max} qui induit une déformation élémentaire, c'est-à-dire le déplacement d'une partie du cristal d'une distance interatomique par rapport à l'autre partie. Il a alors montré que cette contrainte est de l'ordre de : $\tau_{\max} = \mu/2\pi$, μ étant le module de cisaillement.

Lorsque la valeur obtenue grâce à cette expression théorique est comparée à des valeurs expérimentales de la contrainte, on s'aperçoit qu'elle est largement surestimée. Le mécanisme réel est donc différent du mécanisme idéalisé énoncé ci-dessus, puisqu'il ne prend pas en compte la présence des défauts, notamment des défauts ponctuels (lacunes, interstitiels, atomes étrangers en insertion ou substitution), linéaires (les dislocations) et plans (les joints de grains, les joints de macles). Le rôle des défauts ponctuels n'est relativement important que pour une température assez élevée. La plasticité des matériaux cristallins est en effet un phénomène dynamique résultant pour l'essentiel du mouvement et de la multiplication des dislocations, sous l'action de champs de contraintes. Dans les matériaux à la structure cristallographique anisotrope (tels que les matériaux hexagonaux) ou à basse température, le maillage joue également un rôle important.

Cette première partie s'attache donc à définir les caractéristiques des dislocations, porteuses de plasticité, la façon dont elles sont générées et organisées lors de la déformation plastique, ainsi que les conditions dans lesquelles se forment les macles.

1.1.1. Notions de base

Définition

Les dislocations sont naturellement présentes dans un matériau non sollicité mécaniquement. La notion de dislocation a été introduite par Volterra [VOL07] au début de XX^{ème} siècle qui proposa un processus pour expliquer la formation de ce défaut d'un point de vue mathématique. Ce processus peut être schématisé en considérant un cube contenant deux plans ABCD et A'B'C'D' parallèles, entre lesquels on coupe toutes les liaisons atomiques (Figure 1-1). On translate alors le plan A'B'C'D' d'un vecteur AA₁. La dislocation est le champ de déplacement élastique qui accommode un cisaillement d'une translation discrète du vecteur AA₁, que l'on appelle le vecteur de Burgers. Le vecteur de Burgers correspond donc au défaut de fermeture d'une boucle fictive autour de la dislocation lorsqu'on compare la configuration initiale du cristal sans dislocation et la configuration finale qui inclut la présence de la dislocation. La boucle est choisie suffisamment grande pour pouvoir être tracée dans le cristal parfait, loin du cœur de la dislocation, c'est-à-dire la région où l'arrangement atomique est le plus perturbé. Le vecteur de Burgers est de l'ordre de la distance interatomique. Suivant sa direction, on aura la formation (Figure 1-1):

- (a) d'une dislocation « coin » ; le vecteur de Burgers AA_1 est perpendiculaire à ligne de la dislocation
- (b) d'une dislocation « vis » ; le vecteur de Burgers AA_1 est parallèle à la ligne de dislocation

Une dislocation coin va glisser uniquement dans le plan qui contient sa ligne alors qu'une dislocation vis peut glisser dans n'importe quel plan la contenant, et même changer de plan de glissement (glissement dévié) dans la mesure où la direction de glissement de la dislocation est conservée.

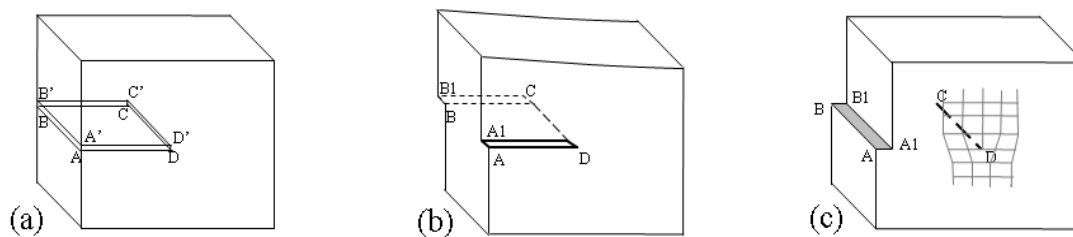


Figure 1-1. Représentation d'un cristal non fauté (a), d'un cristal contenant une dislocation vis (b) et coin (c). Le vecteur AA_1 représente le vecteur de Burgers de la dislocation.

En pratique, les lignes de dislocations sont rarement parfaitement rectilignes et de caractère purement vis ou coin; on a souvent affaire à des dislocations mixtes qui constituent une combinaison linéaire des deux translations de réseau simple.

La déformation d'un cristal se fait de proche en proche par le glissement des plans atomiques les uns par rapport aux autres grâce à la présence des dislocations à l'image d'un lourd tapis que l'on voudrait bouger de quelques centimètres (Figure 1-2). On comprend aisément qu'il est plus facile de plier un bord du tapis pour créer une bosse et de la faire se propager jusqu'à l'autre extrémité du tapis plutôt que de directement tirer sur une extrémité. La déformation d'un cristal est analogue en associant la bosse créée à la dislocation qui va se mouvoir lorsqu'une contrainte est appliquée au cristal. La facilité de déplacement s'interprète physiquement par la minimisation de l'énergie relative au déplacement de proche en proche plutôt qu'au déplacement global.

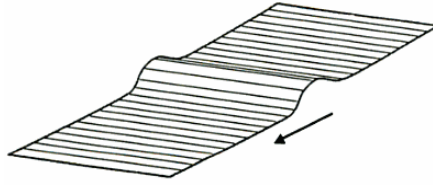


Figure 1-2. Analogie du tapis de Mott avec le glissement des dislocations.

Glissement

Le glissement consiste en le cisaillement du cristal par le passage d'une dislocation. Ce type de mouvement est possible grâce au réarrangement conservatif (sans transport de matière) local de la position des atomes dans le cœur de la dislocation. Ce processus ne nécessite pas de diffusion; c'est le mode de déformation le plus favorable au système à température ambiante car c'est celui qui consomme le moins d'énergie. Le glissement se produit nécessairement dans un plan contenant la ligne et le vecteur de Burgers de la dislocation. Le plan choisi est généralement un plan dense et le glissement se fait selon une direction dense dans ce plan. Pour un plan de glissement – repéré par sa normale – plusieurs directions de glissement sont possibles ; on parle alors de système {plan + direction} de glissement.

Le tableau suivant rappelle les systèmes de glissement les plus souvent observés dans les trois structures cristallines principales :

| <i>Structure cristalline</i> | <i>Plans de glissement</i> | <i>Direction de glissement</i> |
|--------------------------------|-------------------------------------------|--------------------------------|
| Cubique centrée (CC) | {110},{112}, {113} | $\langle 111 \rangle$ |
| Cubique à faces centrées (CFC) | {111} | $\langle 110 \rangle$ |
| Hexagonale compacte (HC) | {0001},{10 $\bar{1}$ 0}, {10 $\bar{1}$ 1} | $\langle 11\bar{2}0 \rangle$ |

Tableau 1-1. Systèmes de glissement les plus courants dans les structures cubiques centrées, cubiques à faces centrées, et hexagonales compactes.

L'activation ou non du glissement est déterminée par la loi de Schmid. Celle-ci est exprimée au travers de la Figure 1-3. On considère un monocristal représenté schématiquement par un cylindre sur lequel on applique une force F. Une contrainte de cisaillement τ est alors induite sur un plan de glissement du monocristal ; elle est nommée cission résolue et est définie par l'équation 1-1:

$$\tau = \frac{F}{S_0} \cos \lambda \cdot \cos \varphi \quad \text{I-1}$$

Le coefficient $\cos \lambda \cdot \cos \varphi$ est appelé facteur de Schmid ; il correspond au produit du cosinus de l'angle λ – formé entre la direction de glissement et la direction d'application de la force – et du cosinus de l'angle φ – formé entre la normale au plan de glissement et la direction d'application de la force. Sa valeur est comprise entre -0,5 et + 0,5.

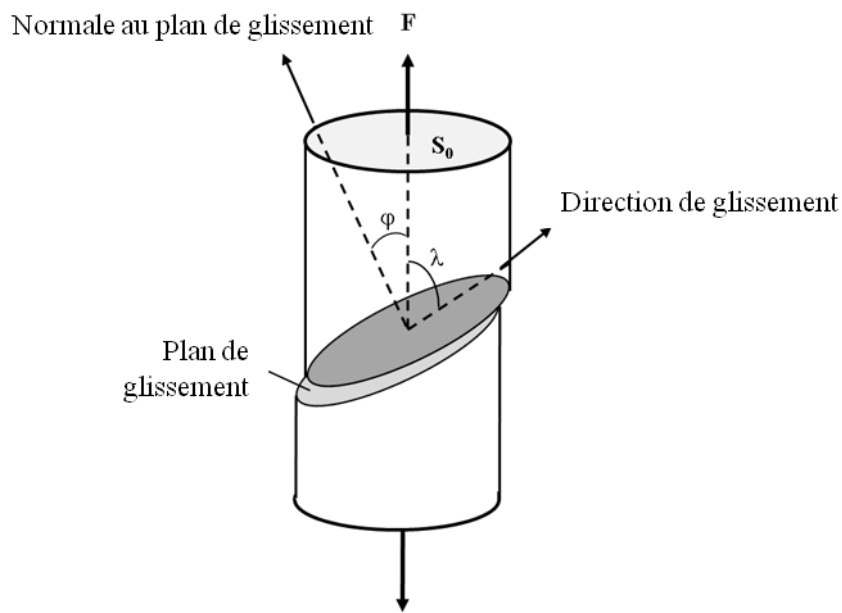


Figure I-3. Mise en évidence de la loi de Schmid.

En l'absence d'obstacles intrinsèques, le système {plan de glissement + direction de glissement} activé sera celui qui possède le facteur de Schmid le plus élevé (en valeur absolue), dans la mesure où la force F appliquée est suffisamment grande. La loi de Schmid postule en effet que le glissement se déclenche lorsque la cission résolue τ atteint une valeur critique τ_c .

Celle-ci peut être évaluée expérimentalement dans des monocristaux micro- ou nanoscopiques où un unique système de glissement est activé (voir par exemple [GON09]) mais elle reste difficile à évaluer précisément. Généralement, les cissions critiques sont exprimées par des valeurs pondérées rapportées à un système de glissement référant, exprimant ainsi la facilité des différents systèmes à être activés les uns par rapport aux autres. Dans la littérature, de nombreux modèles sont basés sur les rapports entre les systèmes et les font varier pour tenter de décrire au mieux les résultats expérimentaux (voir [MOR11, AGN05, WAR12]). Par

ailleurs, des études de dynamique moléculaire tentent de prédire ces valeurs avec davantage de précision. En effet, lors de l'expérience, les systèmes de glissement sont corrélés ; il est donc difficile de déterminer la cission critique de chacun d'entre eux. La simulation atomistique semble pouvoir parer à cette difficulté (voir par exemple [POT12]).

Le choix du plan de glissement se pose chaque fois qu'une partie de la ligne de dislocation se retrouve en position vis. Lorsque des plans denses possédant le même vecteur de Burgers s'intersectent, le choix de la dislocation se porte généralement vers celui qui a le facteur de Schmid le plus élevé.

Mise en mouvement des dislocations et obstacles au glissement

La force locale s'exerçant sur une dislocation est décrite par la force de Peach & Koehler F_{PK} . Cette force s'exprime par unité de longueur de dislocation sous la forme :

$$\overrightarrow{F_{PK}} = \overline{\sigma} \vec{b} \wedge \vec{t} \quad 1-2$$

où $\overline{\sigma}$ est le tenseur local des contraintes, \vec{b} le vecteur de Burgers et \vec{t} un vecteur unitaire tangent à la ligne de dislocation. A travers $\overline{\sigma}$, cette force comprend, en plus de la contrainte macroscopique appliquée, également la contribution du champ des contraintes internes qui sont dues aux contraintes d'autres dislocations. En effet, la présence d'une dislocation perturbe l'arrangement atomique. La contrainte résultant de cette perturbation suffisamment loin du cœur de la dislocation, peut être décrite dans le cadre de la théorie de l'élasticité linéaire comme étant inversement proportionnelle à la distance r à la ligne de la dislocation. Une autre dislocation dans le même cristal génèrera son propre champ de contraintes et sera également influencée par le champ de contraintes de la première dislocation.

Notamment, la force Peach-Koehler permet de prédire la nature de l'interaction entre deux dislocations. Pour deux dislocations appartenant au même système de glissement, elle est répulsive si les vecteurs de Burgers des deux dislocations sont de même signe. Si les vecteurs de Burgers sont de signes opposés, l'interaction entre les deux dislocations va les amener à s'attirer pour, soit former des jonctions qui constituent un des obstacles possibles au glissement, soit s'annihiler. La formation de jonctions aura lieu s'il y a un gain d'énergie pour

le système, c'est-à-dire si l'énergie de la dislocation formée est inférieure à la somme de l'énergie des dislocations qui interagissent.

Lorsque la force qui leur est appliquée est suffisante, les dislocations sont mises en mouvement et glissent dans leur plan de glissement. Leur libre mouvement va toutefois être entravé par différents obstacles.

Tout d'abord, il s'agit de la friction de réseau périodique des atomes, qui représente donc un obstacle intrinsèque. En effet, la propagation d'une dislocation nécessite de rompre des liaisons atomiques, ce qui est plus ou moins difficile selon la structure cristallographique. Considérons un état initial où les atomes du réseau se trouvent dans un état thermodynamiquement stable, d'énergie minimale. La présence d'une dislocation entraîne des distorsions des liaisons atomiques dans le cœur (région où l'arrangement atomique est le plus perturbé), c'est-à-dire un déplacement des atomes de cœur par rapport à leur position initiale. Le passage de la dislocation va obliger les atomes à se déplacer dans un état d'énergie maximale pour ensuite retourner vers un état d'énergie minimale lorsque la dislocation s'est déplacée d'un vecteur de Burgers. La barrière d'énergie que la dislocation doit franchir pour pouvoir se déplacer est appelée barrière de Peierls. Cela correspond à la résistance du réseau atomique ; il s'agit d'une force analogue à une force de frottement dont la magnitude dépend de la densité du réseau atomique, et donc de la structure du réseau cristallin et de la nature des atomes de ce réseau. Cette force est appelée « force de Peierls » ou « force de friction ». Elle est négligeable dans les plans compacts des métaux de structure cubique à faces centrées (et hexagonale lors du glissement sur le plan basal) où les interactions atomiques sont relativement faibles.

D'autres obstacles, extrinsèques, sont dus à la présence de différents défauts de la maille cristalline. On peut les classer dans deux catégories :

- les obstacles à l'origine d'un champ de contraintes à longue distance, tels que les dislocations dans le même plan de glissement, notamment leurs empilements aux joints de grains ou sur les précipités.
- les obstacles qui induisent un champ de contraintes à courte distance, comme les dislocations de la forêt (dislocations immobiles appartenant à d'autres plans de glissement qui percent le plan de glissement de la dislocation) ou les atomes de soluté. Les joints de grains dans les polycristaux et les joints de macles représentent des obstacles particulièrement importants aux mouvements des dislocations.

Le déplacement des dislocations au travers du réseau atomique, ainsi que le franchissement des obstacles à courte portée est assisté par l'activation thermique. Puisque l'énergie des fluctuations thermiques est petite, leur rôle est négligeable vis-à-vis des obstacles à longue portée. La probabilité de franchissement d'une barrière d'énergie ΔG est contrôlée par le facteur de Boltzmann :

$$\exp\left(-\frac{\Delta G - \sigma^*V}{kT}\right) \quad 1-3$$

où : ΔG est l'énergie d'activation

k est la constante de Boltzmann : $k = 1,381 \times 10^{-23} \text{ J.K}^{-1}$

σ^* est la contrainte effective (hors contraintes internes) appliquée sur une dislocation

V est le volume d'activation

T est la température

Le volume d'activation est peu documenté pour la plupart des matériaux ; il est défini comme le produit du vecteur de Burgers b et de l'aire A balayée par la dislocation pendant le processus d'activation et est souvent approximé comme b^3 .

Si on suppose que le temps de vol de la dislocation (son segment) d'un obstacle à l'autre est négligeable par rapport au temps d'attente sur l'obstacle, on peut alors écrire la vitesse de déplacement de la dislocation comme suit :

$$v = v \cdot d \cdot \exp\left(-\frac{\Delta G - \sigma^*V}{kT}\right) \quad 1-4$$

où d est la distance moyenne parcourue entre deux obstacles et v est la fréquence de Debye.

D'après cette relation, on peut donc voir que le glissement des dislocations est d'autant plus rapide que la température est élevée.

Par ailleurs, l'activation thermique va également faciliter le glissement dévié, c'est-à-dire la déviation d'une dislocation vis de son plan de glissement vers un autre plan de même type. Il

est également possible qu'une dislocation change de plan vers un plan ne contenant pas son vecteur de Burgers. Ce mouvement nécessite l'absorption ou l'émission de lacunes et n'est possible que lorsque le système est dans des conditions de températures élevées favorables à une diffusion rapide. Il s'agit de la montée des dislocations.

Densité de dislocations – multiplication

La déformation d'un cristal résulte du déplacement d'un ensemble de dislocations que l'on caractérise par leur densité. La densité de dislocations ρ est définie comme la longueur totale des lignes de dislocation par unité de volume ; elle augmente au cours de la déformation jusqu'à saturation. En effet, sous l'action d'une contrainte, les dislocations se multiplient ; le processus de multiplication le plus connu est décrit par le moulin de Frank-Read (voir Figure 1-4).

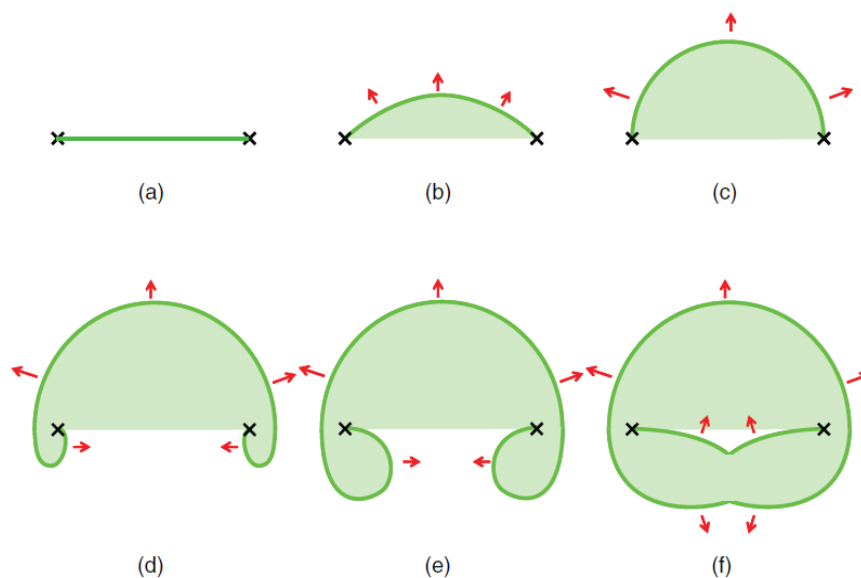


Figure 1-4. Schéma de fonctionnement du moulin de Frank – Read. Le segment de dislocation ancré en deux points par des obstacles ou des dislocations immobiles (a) se courbe sous l'effet d'une contrainte appliquée (b) jusqu'à atteindre une position critique (c) pour laquelle le rayon de courbure est minimum. Au-delà les segments situés sous les points d'ancrage s'attirent (d) et (e) jusqu'à s'annihiler pour donner une boucle fermée et un nouveau segment indépendant (f).

Au fur et à mesure que la déformation augmente, les dislocations se multiplient de plus en plus. Certaines restent mobiles et d'autres ne bougent pas, soit parce que les forces qui s'exercent sur elles ne sont pas suffisantes pour les mettre en mouvement, si elles ne se trouvent pas dans un plan de glissement facile (dislocations de forêt), soit parce qu'elles sont bloquées ou ancrées par exemple suite à du glissement dévié ou par des obstacles tels que les

atomes de soluté, des précipités ou bien des joints de grains ou de macles. Le mouvement des dislocations est alors gêné par ces obstacles et une contrainte toujours plus élevée est nécessaire pour permettre aux dislocations de bouger de manière à accommoder la déformation. La multiplication des dislocations est donc responsable de l'écroutissage, c'est-à-dire du durcissement du matériau.

Loi de Hall-Petch

À température suffisamment basse ($< T_f/2$, T_f étant la température de fusion du matériau), les joints de grains constituent des obstacles forts au mouvement des dislocations. En effet, une dislocation d'un grain A arrivant sur un joint ne peut se propager dans le grain voisin B que si son vecteur de Burgers est une période du réseau B. Les dislocations ne pouvant pas se propager s'accumulent alors à l'interface entre les deux grains, ce qui peut provoquer une concentration de contraintes relativement forte. L'empilement des dislocations aux joints de grains est la principale interprétation avancée pour expliquer la loi de durcissement de Hall-Petch [HAL51, PET53] décrite empiriquement par l'équation suivante :

$$\sigma_y = \sigma_0 + kd^{-1/2} \quad 1-5$$

Où σ_y est la limite élastique, σ_0 et k sont des constantes du matériau et d est la taille de grain

Elle implique que plus la taille de grains est petite, plus l'effet des joints de grain agissant comme barrière au glissement des dislocations sera accentué et fera augmenter la contrainte nécessaire pour déformer plastiquement le matériau.

Maclage mécanique

Le maclage mécanique consiste en le cisaillement d'une partie d'un grain, de manière à placer cette partie dans une configuration d'orientation cristallographique miroir de celle du grain parent, qui lui, n'est pas affecté par le cisaillement (voir Figure 1-5).

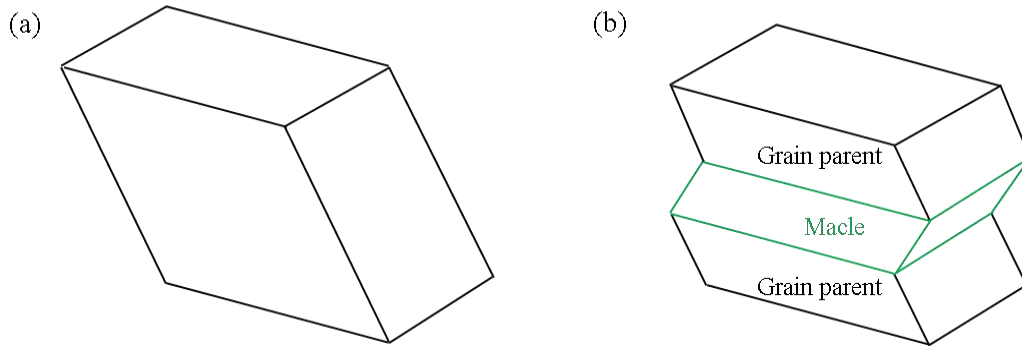


Figure 1-5. (a) représentation d'un cristal ayant une orientation donnée. (b) cristal maclé : la macle a une orientation miroir du grain parent, qui lui, conserve son orientation initiale.

Le processus de maillage est décrit par la Figure 1-6 (voir aussi [CHR95]). Le cisaillement de maillage de magnitude s a lieu dans le plan K_1 le long de la direction η_1 . Le plan de maillage K_1 est un plan invariant. Son conjugué est le plan K_2 qui conserve également sa structure cristallographique en devenant le plan K_2^S dans la macle. Ce plan contient la direction η_2 définie comme la direction conjuguée à la direction de cisaillement η_1 . Un mode de maillage est complètement défini quand K_1 et η_2 sont donnés (ou de manière équivalente K_2 et η_1). Par la suite (voir Fig. 1-18), quand il n'y a pas d'ambiguïté possible sur l'amplitude du cisaillement s , on identifiera simplement les systèmes de maillage à partir des plans et directions de maillage, K_1 et η_1 , de manière similaire à ce qui est fait pour le glissement des dislocations.

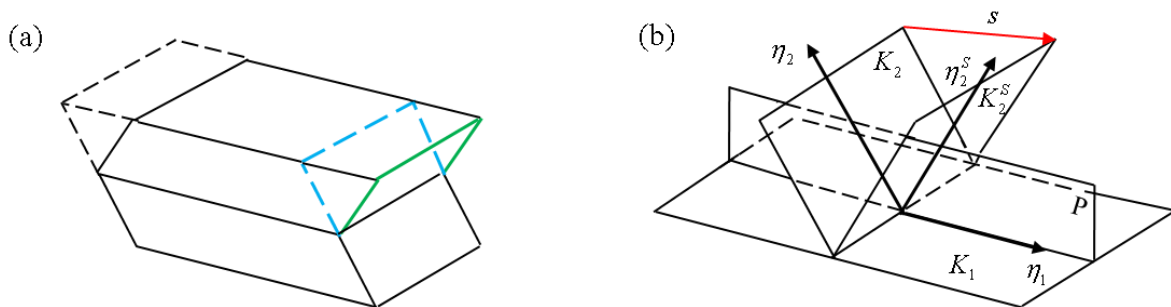


Figure 1-6. (a) représentation d'une partie du cristal maclé ; les pointillés délimitent le grain original non maclé. (b) représentation schématique des plans et directions intervenant dans le maillage. K_1 est le plan de maillage, non distordu ; il porte la direction de maillage η_1 . Le plan K_2 est également non distordu (en bleu sur la figure (a)) ; il porte la direction η_2 ; ce plan subit un cisaillement d'amplitude s . Son image est le plan K_2^S (en vert dans (a)) ; il porte la direction η_2^S . η_1 , η_2 et η_2^S , ainsi que les normales aux plans K_1 et K_2 appartiennent au plan de cisaillement P .

La formation de la macle nécessite de grandes concentrations de contraintes [BEL57] et l'existence d'une cission critique pour le maclage est fortement soutenue dans la littérature (voir notamment [CHR95]).

Le maclage peut avoir trois rôles différents lors de la déformation plastique :

- La présence de macles va constituer un obstacle supplémentaire au mouvement des dislocations se trouvant dans le grain parent, à l'instar des joints de grains. Il se produit alors un durcissement du matériau via un effet Hall-Petch dynamique. L'effet durcissant peut par ailleurs être accentué par l'effet Basinski [BAS97] qui considère que les dislocations deviennent sessiles à l'intérieur des macles et durcissent ainsi davantage les régions maclées par rapport à la matrice non maclée. Cet effet a été prouvé expérimentalement par des tests de micro-dureté réalisés sur du titane pur par Kalidindi et al. [KAL03].
- La macle possède une orientation cristallographique différente de celle du grain parent, qui peut éventuellement placer localement le cristal dans une configuration à nouveau favorable au glissement. Il s'agit donc d'un rôle d'adoucissement [SAL06].
- Le cisaillement dû au maclage contribue, tout comme le glissement des dislocations, à la déformation plastique du matériau.

L'apparition du maclage est favorisée dans les matériaux hexagonaux, qui ne présentent pas suffisamment de plans de glissement facile de vecteur de Burgers de type \vec{a} pour accommoder une déformation arbitraire. Elle est également favorisée de manière générale à température ambiante et à basse température, dans les matériaux qui possèdent une faible énergie de faute d'empilement (EFE), comme par exemple les aciers TWIP (voir 1.4.1). Le maclage est fortement lié à cette énergie qui établit la dépense d'énergie nécessaire pour créer un tel défaut et la distance de dissociation entre les dislocations partielles qui bordent le défaut. Elle va également contrôler la morphologie et l'épaisseur des macles mécaniques [FRI64].

Energie de faute d'empilement

Une dislocation parfaite est une dislocation dont le vecteur de Burgers \vec{b} est une période du réseau cristallin. Celle-ci peut être amenée à se dissocier en deux dislocations partielles de Shockley de vecteurs \vec{b}_1 et \vec{b}_2 lorsque la somme des énergies des deux partielles est plus faible que l'énergie de la dislocation parfaite. L'énergie d'une dislocation étant proportionnelle à b^2 , cela consiste à remplir la condition suivante, appelée critère de Franck :

$$b_1^2 + b_2^2 < b^2 \quad 1-6$$

Alors que la dislocation parfaite ne perturbe pas l'ordre d'empilement atomique, la partielle va introduire un défaut d'empilement, qui est un défaut planaire dans une région localisée du cristal où la séquence d'empilement initialement ordonnée est perturbée (voir Figure 1-7). Dans un réseau cubique à faces centrées, deux types de défauts d'empilement sont possibles : intrinsèques ou extrinsèques. Un défaut dit intrinsèque est associé au déplacement d'un seul plan alors qu'un défaut extrinsèque est associé au déplacement de deux plans, comme le montre la Figure 1-7. En effet, le passage d'une dislocation de Shockley dans une structure CFC d'empilement ABC entraîne la suppression d'une position des atomes dans la séquence d'empilement, ce qui engendre le décalage des positions de tous les atomes au-dessus de la faute.

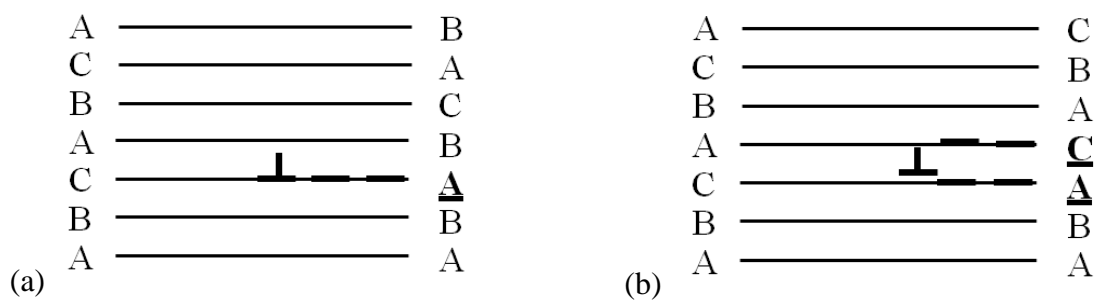
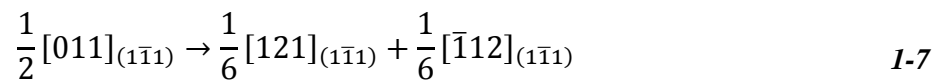


Figure 1-7. Défauts d'empilement de plans {111} dans un cristal cubique à faces centrées après le passage de dislocations partielles traînant un défaut (a) intrinsèque : suppression de la position C ; (b) extrinsèque : suppression des positions C puis A. Les plans en position fautée sont matérialisés en gras.

Pour exemple, considérons une structure cristalline cubique à faces centrées contenant une dislocation parfaite de vecteur de Burgers $1/2[011]$ dans le plan de glissement $(1\bar{1}1)$. Cette

dislocation peut se dissocier dans son plan en deux partielles glissiles selon la réaction suivante :



1.1.2. Conclusions

Les notions de base permettant d'appréhender la plasticité des matériaux ont été présentées dans cette première partie. Les dislocations ont été définies et les conséquences de leur mouvement à l'échelle des dislocations présentées.

Une vision récente de la plasticité a en effet émergé et démontré le caractère multi-échelles de la déformation plastique et une dépendance du comportement à l'échelle d'observation [FRES09, WEI07, LEBE09]. Cela s'explique par le mouvement collectif et organisé des dislocations. Afin de mieux appréhender la description du comportement des matériaux, on s'attache donc à décrire le mouvement des dislocations et ses conséquences non plus à l'échelle de la dislocation mais à une échelle plus vaste pouvant aller jusqu'à l'échelle globale du matériau.

1.2. Phénomènes collectifs en plasticité

A l'aube du XX^{ème} siècle, avant que la notion de dislocation soit envisagée, Mügge [MUG99] a observé la présence de marques de surface lors de la déformation de matériaux. Lorsqu'il est devenu clair pour les chercheurs que le cisaillement d'un cristal par le passage d'un ensemble de dislocations est visible à la surface d'un échantillon sous forme de lignes parallèles, l'observation des lignes de glissement est devenue un recours classique pour déterminer les systèmes de glissement activés lors de la déformation. Les lignes de glissement représentent les marches produites par les dislocations lorsque celles-ci émergent à la surface du cristal lors de la déformation plastique. Une ligne de glissement fine avec une hauteur de marche de quelques nm compte typiquement quelques 15-20 dislocations [ANA07]. Cependant, la structure des traces de glissement observées à la surface est bien plus complexe : si elle est similaire à l'échelle macroscopique et mésoscopique, une structure différente apparaît à

l'échelle microscopique. En effet, le développement de techniques de microscopie électronique toujours mieux résolues a permis de rendre visible une structure très fine des lignes de glissement comme le montre la Figure 1-8. Chaque ligne visible en microscopie optique se révèle être généralement une bande de glissement structurée d'agglomérats de fines lignes lorsqu'on l'observe en microscopie électronique.

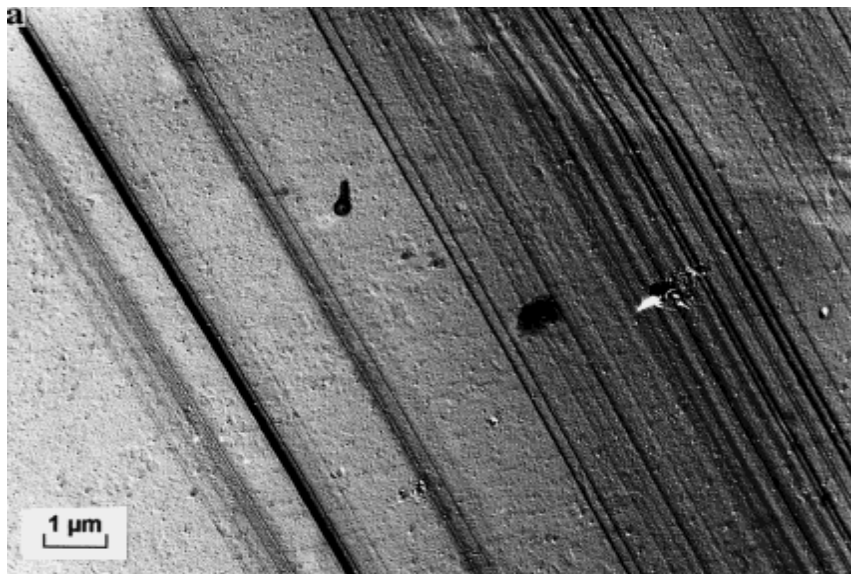


Figure 1-8. Lignes de glissement sur un alliage de Cu±8 at% Mn après 25 % de déformation en traction [WEL98].

La croissance pas à pas des lignes de glissement suggère clairement que plusieurs groupes de dislocations se déplacent de manière cohérente et que ces effets collectifs jouent un rôle important dans la formation des lignes et des bandes de glissement. Il est évident que cette organisation collective des dislocations à des échelles de plus en plus fines ne peut pas être comprise sur les bases de la dynamique d'une dislocation individuelle, sans considérer les interactions entre dislocations. En effet, la prise en compte du comportement collectif des dislocations va permettre de décrire de manière plus appropriée le comportement à différentes échelles du matériau et d'expliquer les cas d'instabilités, notamment macroscopiques, qui sont souvent rencontrés pour certains matériaux. Les paragraphes suivants recensent, au travers de la présentation de certaines instabilités macroscopiques, des manifestations bien connues des phénomènes collectifs du mouvement des dislocations.

1.2.1. Instabilités macroscopiques

1.2.1.1. Bandes de Piobert-Lüders

Le phénomène de bande de Piobert-Lüders est rencontré dans de nombreux alliages sollicités en traction, après la transition élastoplastique ; il se manifeste par un plateau sur la courbe de déformation, associé à la propagation d'une bande de déformation (Figure 1-9), souvent précédé par une chute de contrainte.

Ce phénomène a été observé pour la première fois dans des aciers doux et des polycristaux cubiques centrés il y a plus d'un siècle par Piobert [PIO42] et Lüders [LUD60]. Il est dû au « vieillissement » statique du matériau, c'est-à-dire, à la ségrégation des atomes de soluté sur les dislocations « épinglées » par des obstacles. Par conséquent, la contrainte nécessaire au désancrage des dislocations est supérieure à celle qui le permettrait en l'absence de soluté. Cela explique la limite d'élasticité « haute » observée avant la formation de la bande (voir Figure 1-9).

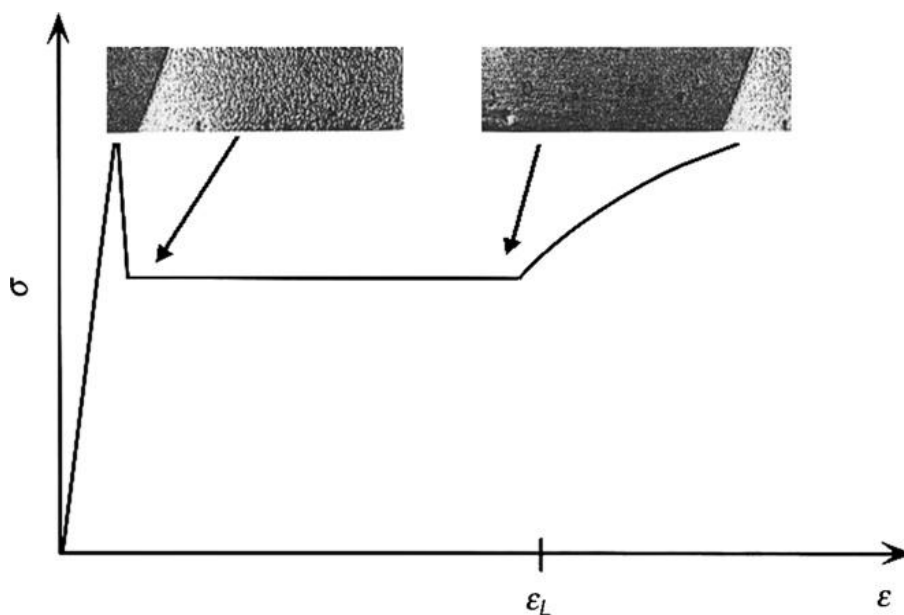


Figure 1-9. Schématisation d'un saut de contrainte typique montrant la propagation d'une bande de Piobert-Lüders [ANA07].

Lorsque le niveau de contrainte locale est suffisamment grand dans une section quelconque de l'échantillon, les dislocations sont libérées et se multiplient rapidement pour former une bande de Piobert-Lüders. La bande est généralement nucléée à proximité des extrémités de

l'échantillon, là où les concentrations de contrainte sont souvent les plus importantes. Comme la contrainte requise pour le mouvement des dislocations est plus faible que la limite d'élasticité supérieure, la multiplication soudaine des dislocations produit une chute de contrainte macroscopique. Le phénomène de Piobert-Lüders est donc une instabilité d'adoucissement par déformation ("strain softening"). La bande se propage ensuite pendant le plateau qui correspond au niveau de la limite d'élasticité inférieure. Une fois que le front de propagation de la bande a balayé tout l'échantillon à un niveau de contrainte constant, la déformation de tout l'échantillon redevient homogène. La déformation de Piobert-Lüders (ϵ_L sur la Figure 1-9) est alors atteinte. Si la vitesse de diffusion des solutés est basse, le phénomène de vieillissement ne se reproduit pas et la déformation plastique a lieu par la suite de manière uniforme avec un écrouissage positif. En revanche, si la mobilité des atomes de soluté est suffisamment grande, par exemple, lorsque la température augmente, une transition vers l'effet Portevin – Le Chatelier peut être observée, comme ce sera décrit dans le paragraphe suivant. On verra également dans la suite que des mécanismes non liés aux solutés peuvent produire des comportements similaires au phénomène de Piobert-Lüders, notamment un plateau et/ou la propagation d'une déformation localisée.

1.2.1.2. Effet Portevin – Le Chatelier

Description

L'effet Portevin – Le Chatelier (PLC) est une instabilité plastique dite d'adoucissement par vitesse de déformation ("strain-rate softening") parce qu'elle est reliée à une sensibilité négative de la contrainte à la vitesse de déformation. Elle est observée dans les aciers et dans les alliages dilués tels que les alliages d'AlMg et consiste en la réponse mécanique discontinue d'un alliage soumis à une sollicitation uniaxiale après l'atteinte d'une certaine déformation critique. Cet effet a été mis en lumière au début du XX^{ème} siècle au travers des travaux sur les aciers doux de Le Chatelier [LECH09] et de Portevin [POR23]. Le phénomène de l'écoulement plastique instable est caractérisé par une localisation spatio-temporelle de la déformation plastique qui se manifeste macroscopiquement par des chutes de contraintes importantes qui hachurent la courbe de déformation, ainsi que par des traces de bandes de déformation localisée sur la surface de l'échantillon. Il a donc un rôle préjudiciable sur les propriétés mécaniques des matériaux, avec notamment une perte de ductilité importante. En dehors de ce que cela implique pour les matériaux industriels, ce phénomène est toujours

attrayant pour les chercheurs dans la mesure où il met en jeu une hétérogénéité de l'écoulement plastique visible à plusieurs échelles, dont à l'échelle macroscopique, ce qui implique une dynamique spatio-temporelle complexe et collective des dislocations.

La Figure 1-10 montre des exemples de chutes de contrainte macroscopiques sur les courbes de déformation $\sigma(\varepsilon)$, dues à l'effet PLC. Chaque chute de contrainte correspond à l'apparition d'une ou quelques bandes de déformation localisées à la surface de l'échantillon, parfois observables à l'œil nu. L'instabilité plastique apparaît dans des conditions de température et de vitesse de déformation bien précises dans la mesure où ces deux paramètres sont parmi ceux ayant le plus d'impact sur les interactions entre défauts et dislocations qui sont responsables de l'apparition de l'effet PLC. A une température donnée, différents motifs de bandes seront observés selon l'ordre de grandeur de la vitesse de déformation appliquée. Par ailleurs, en plus de la température et de la vitesse de déformation, la stabilité de l'écoulement plastique peut dépendre de manière importante d'autres paramètres tels que la rigidité de la machine et la qualité de surface des échantillons [DAB98].

Types de bandes

Brindley et Worthington [BRI69] ont proposé une classification pour identifier des motifs de type A, B ou C dans les fluctuations de contrainte. Les fluctuations de type A se manifestent à basse température et/ou à des vitesses de déformation importantes (typiquement supérieures à $10^{-3} s^{-1}$ pour un alliage AlMg, qui est généralement considéré comme matériau modèle pour l'étude de l'effet PLC) par des chutes de contrainte irrégulières d'amplitude relativement faible. Elles sont associées à une propagation continue et répétitive des bandes de déformation nucléées à un endroit donné, souvent une extrémité de l'éprouvette [CHIH86], et qui se propagent le long de l'échantillon. Les fluctuations de type B sont observées dans des domaines de vitesse de déformation et de température intermédiaires et sont caractérisées par des chutes de contrainte assez régulières d'amplitude plus élevée comparées au type A. La propagation des bandes est discontinue et à courte distance : chaque bande naît lorsque la bande précédente a fini de propager et qu'une contrainte suffisamment grande est atteinte pour engendrer la nouvelle bande. Pour cette raison, les bandes de type B sont généralement associées au terme « hopping band » dans la littérature. Les fluctuations de type C apparaissent donc à faible vitesse de déformation ou à haute température et engendrent des bandes de déformation qui apparaissent de manière *a priori* assez aléatoire spatialement bien

que l'analyse des fluctuations de la contrainte mette en lumière l'existence de certaines corrélations [LEBY05]. Comme dans le cas du type B, chaque saut de contrainte reflète la formation d'une bande isolée. Un changement systématique du type de fluctuation de A à B, à C a lieu lorsque la vitesse de déformation appliquée diminue, et/ou lorsque la température augmente.

Des comportements mixtes entre les types A, B et C sont observés aux températures et vitesses de déformation intermédiaires.

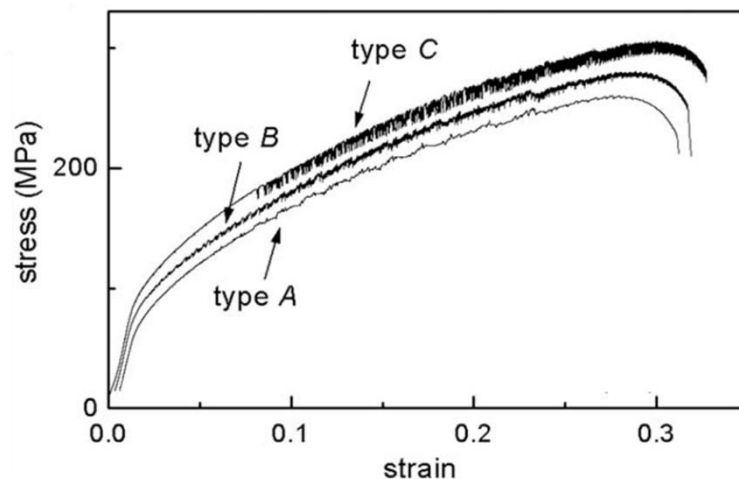


Figure 1-10. Exemples de courbes de déformation d'un alliage Al-3% at. Mg, correspondant aux trois types de l'effet PLC. Les deux courbes inférieures sont délibérément déplacées le long de l'axe des ordonnées pour davantage de clarté. Les échantillons ont été déformés à température ambiante et à des vitesses de déformation de $2 \times 10^{-5} s^{-1}$ (type C), $2 \times 10^{-4} s^{-1}$ (type B) et $7 \times 10^{-3} s^{-1}$ (type A) [LEBE08].

Les chutes de contrainte de l'effet PLC apparaissent après l'atteinte d'une certaine déformation critique ϵ_{cr} avant laquelle la courbe de déformation apparaît lisse. La valeur de ϵ_{cr} dépend de la vitesse de déformation imposée et de la température [BAL00]. Balik et al. ont souligné deux types de comportement généralement distingués : la déformation critique ϵ_{cr} augmente avec la vitesse de déformation appliquée $\dot{\epsilon}_a$ aux grandes vitesses de déformation (comportement dit « normal ») mais diminue avec l'augmentation de $\dot{\epsilon}_a$ aux faibles vitesses (comportement dit « inverse »).

Des études MET réalisées par Andronov et al. [AND85] ont montré que le déclenchement de l'effet PLC dans un alliage commercial AlMg requiert une forte densité de dislocations distribuées de façon homogène. Des résultats plus récents sur un alliage AlMg testé en traction et en compression corroborent ces conclusions [LEBE08]. Il semblerait que le début

de l'instabilité soit gouverné par les mêmes facteurs en traction et en compression, qui sont reliés à l'écoulement plastique homogénéisé. En effet, la similarité des valeurs de la contrainte critique correspondante indique que la contrainte d'écoulement et donc la densité de dislocations accumulées peuvent jouer le rôle de paramètres de contrôle pour l'instabilité, en conformité avec des modèles théoriques [KUB90].

Les sauts de contraintes caractéristiques des trois types de bandes présentées précédemment ont fait l'objet de plusieurs études statistiques qui ont permis de mettre en évidence des régimes de fluctuations différents selon la vitesse de déformation appliquée [LEBY95, ANA95, ANA99, LEBY01, BHA02, KUG04, DAR07, LEBY08, SAR08]. En particulier, un comportement invariant d'échelle des fluctuations de contrainte de type A de l'effet PLC a été mis en évidence dans des alliages d'AlMg [LEBY95, BHA02] et de CuAl [ANA99]. La statistique des sauts de contrainte est en effet décrite par une distribution en loi puissance qui révèle une criticalité auto-organisée de la déformation plastique (voir 1.3). Par contre, les sauts de contrainte associés aux fluctuations de type B et C s'avèrent être distribués autour de valeurs maximales. Cela se traduit par un comportement de chaos déterministe [BER84] pour le type B qui a pu être mis en évidence par une méthode de reconstruction des trajectoires dans l'espace des phases [BHA02, ANA95]. La mise en valeur de telles corrélations est moins évidente pour le type C, qui a semblé dans un premier temps afficher un comportement purement stochastique. Toutefois, l'application de l'analyse multifractale [LEBY08] a pu depuis révéler de faibles corrélations pour les fluctuations du type C.

Mécanismes impliqués

Il est généralement admis que l'origine microscopique de l'effet PLC est le vieillissement dynamique associé à l'interaction entre les dislocations mobiles temporairement arrêtées aux obstacles locaux et aux atomes de soluté [BEU75, MCCO72, KUB85, EST89, ZAI97, KUB02]. En l'absence d'atomes de soluté, la contrainte à fournir pour accommoder la déformation augmente lorsque la vitesse de déformation appliquée augmente, ou lorsque la température diminue (activation thermique du glissement des dislocations). De l'interaction des dislocations épinglées et des atomes de soluté résulte une force additionnelle sur les dislocations qui entraîne la variation non linéaire de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation plastique. Notamment, il existe un intervalle de vitesse où la sensibilité de la contrainte d'écoulement σ à la vitesse de déformation $\dot{\epsilon}$ est négative :

$S = \frac{\delta\sigma}{\delta \ln \dot{\epsilon}} < 0$ [BEU75, McCO72] ; cela implique que lorsque la vitesse de déformation augmente, la contrainte nécessaire pour maintenir cette vitesse diminue. Ce phénomène apparaît lorsque le temps de diffusion caractéristique du soluté et le temps d'arrêt des dislocations aux obstacles sont comparables.

La sensibilité à la vitesse de déformation de la contrainte appliquée peut ainsi être décrite par une courbe en N (Figure 1-11), comme l'a suggéré Penning [PEN72]. Cela fait référence à une dynamique similaire aux oscillations de relaxation [VAN26] qui sont caractérisées par la coexistence de deux régimes de déformation stables, appelés « régime lent » et « régime rapide », et associés respectivement à la période séparant deux sauts de contrainte et au saut de contrainte lui-même.

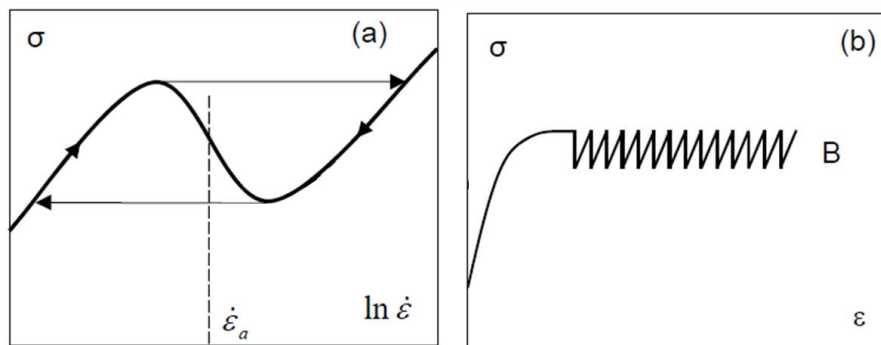


Figure 1-11. (a) courbe en N illustrant l'effet du vieillissement dynamique des dislocations ; (b) allure de la courbe de déformation correspondante.

Différents modèles locaux, basés sur la considération de la déformation supposée uniforme ainsi que sur la dépendance non linéaire de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation appliquée ont été développés, le plus élaboré étant celui proposé par Kubin et Estrin dans les années 1990 [KUB90]. En considérant l'évolution de la densité de dislocations mobiles ρ_m et de forêt ρ_f et en se basant sur l'hypothèse de Penning [PEN72], qui considère que la sensibilité à la vitesse de déformation est composée d'un terme provenant de l'activation thermique en l'absence de vieillissement dynamique et d'un terme provenant de la contribution du vieillissement dynamique, ils ont montré l'existence de déformations critiques pour l'apparition des instabilités plastiques et éventuellement leur disparition¹.

¹ A noter qu'un mécanisme alternatif au vieillissement dynamique, basé seulement sur la propagation des empilements des dislocations, a été considéré dans la littérature [TRO07], mais il ne peut expliquer ni l'existence des valeurs non nulles de la déformation critique pour l'apparition de l'instabilité, ni sa disparition éventuelle.

Néanmoins, les modèles locaux ne peuvent pas expliquer la complexité des courbes de déformation réelles (voir Figure 1-10) qui dévient fortement du cas des oscillations régulières. L'analyse approfondie de la dynamique des différents types de bandes de l'effet PLC, qui comme on l'a vu précédemment, a révélé différents régimes dynamiques entre les types A, B et C a ensuite conduit à l'élaboration de modèles reflétant davantage la complexité relative à l'effet PLC. Plusieurs modèles non locaux prenant en compte l'hétérogénéité de la déformation et des couplages spatiaux entre les déformations locales ont ainsi été proposés [LEBY95, ANA95, KUB02, RIZ04, ANA07].

1.2.1.3. Autres mécanismes d'instabilité plastique. Rôle du maclage.

L'observation des courbes de déformation discontinues peut aussi être due à d'autres mécanismes microscopiques, notamment au maclage qui permet de relaxer fortement les contraintes internes. Ce mécanisme d'instabilité plastique est surtout important aux basses températures (réfrigération par hélium ou azote liquide), où le maclage peut être responsable de chutes de contrainte très brusques et de très grande amplitude [BOB83, LUB85]. La prédisposition au maclage à basse température est due à une croissance plus rapide de la contrainte nécessaire pour mettre en mouvement les dislocations parfaites que pour les dislocations partielles [FRI64]. Les grandes vitesses du maclage peuvent s'expliquer par le fait que la formation des germes des macles nécessite une contrainte plus élevée que leur développement. Par exemple, elles peuvent naître dans des zones à très forte concentration de contrainte, si bien que les mouvements des dislocations partielles se produiront à des vitesses proches de celle du son, c'est-à-dire de manière purement visqueuse, sans aide de l'activation thermique [LUB85].

Le maclage peut aussi donner lieu à des chutes de contrainte macroscopiques à température ambiante notamment dans des matériaux à structure hexagonale [RIC06a]. Néanmoins, des courbes lisses sont observées très souvent dans ces conditions. D'un autre côté, puisque le maclage entre en compétition avec le glissement des dislocations à température ambiante, par exemple, dans les matériaux hexagonaux ou les métaux CFC à faible énergie de faute d'empilement tels que les aciers TWIP, l'interprétation des instabilités dans ces cas nécessite la prise en compte d'une combinaison des deux mécanismes, comme cela sera discuté dans le paragraphe 1.4.1.

Parmi les mécanismes d'instabilité basés sur le glissement des dislocations, celui de l'instabilité thermomécanique à basse température a été étudié de manière presque aussi approfondie que l'effet PLC [KUB71, MAL74, EST80, OBS98]. Il est dû au couplage entre le processus d'activation thermique du glissement des dislocations et la chaleur dégagée par dissipation d'énergie mécanique lors de leurs mouvements. Puisque la chaleur ne s'évacue pas bien à basse température, elle promeut le glissement des dislocations et vice versa, donnant lieu à un processus avalancheux. De nombreuses similarités ont été observées entre l'instabilité thermomécanique et l'effet PLC qui démontrent une existence possible de lois dynamiques générales, au-delà des mécanismes particuliers. Notamment, il existe une température et une déformation critique de déclenchement des instabilités, ainsi qu'un domaine restreint de vitesse de déformation. A noter que pour ce mécanisme également, une sensibilité négative de la contrainte à la vitesse de déformation plastique est prévue [MAL75], et a été confirmée par l'expérience [SCH74].

On a vu dans cette section que l'étude des instabilités macroscopiques a permis de mettre en avant la synergie des mouvements de dislocations à grande échelle. Les récentes avancées en termes de techniques expérimentales et d'analyses permettent à présent d'obtenir davantage d'informations sur les processus de déformation à une échelle inférieure, aussi bien spatiale que temporelle. C'est l'objet de la section suivante.

1.2.2. Intermittence à petite échelle

Bien que la présence des lignes de glissement révèle une organisation hétérogène de la déformation locale [WEL98], la plasticité conventionnelle considère l'écoulement plastique comme un phénomène homogène. Cela est justifié par l'observation de courbes de déformation généralement macroscopiquement lisses pour de très nombreux matériaux, exception faite des cas d'instabilité macroscopique considérés ci-dessus. Cependant, il a été montré ces dernières années que l'écoulement *a priori* lisse sur la courbe de contrainte-déformation se révèle souvent constitué de petites fluctuations de contrainte révélant une intermittence locale. Pendant de nombreuses années, l'idée a prévalu qu'en faisant la moyenne des fluctuations de la dynamique des dislocations sur des échelles de temps et d'espace suffisamment grandes, ces fluctuations s'ajouteraient de manière aléatoire pour donner une réponse globale homogène du matériau. Lorsque la résolution des méthodes expérimentales a été suffisamment améliorée, la constatation que ces fluctuations puissent ne

pas être aléatoires mais corrélées d'une certaine manière dans l'espace et le temps est rapidement apparue.

En effet, dans les monocristaux, grâce à plusieurs techniques, notamment l'émission acoustique [WEI97, MIG01, RIC06a, WEI07], l'extensométrie à haute résolution [FRES09, WEI07] ou la compression de micropiliers [DIM06, ZAI08], de nombreux auteurs ont pu établir que la distribution de l'amplitude des petites fluctuations de déformation se présente sous la forme d'une loi puissance. Notamment, une distribution de l'énergie E des événements acoustiques $P(E) \approx E^{-\tau_E}$ avec $\tau_E \sim 1,5-1,6$ a été trouvée pour des monocristaux de divers matériaux. En ce qui concerne les polycristaux, ces distributions en loi puissance sont modifiées par l'introduction d'une amplitude de coupure d'autant plus faible que la taille de grains est petite, montrant ainsi que les joints de grains perturbent le développement des avalanches de dislocations [RIC05]. Pour autant, il a également été montré que les corrélations spatio-temporelles entre avalanches persistent du fait de la possible relaxation des contraintes par des avalanches dans les grains voisins.

Parmi les techniques énoncées ci-dessus, les chercheurs ont souvent eu recours ces dernières années à l'émission acoustique qui est une technique puissante pour caractériser la dynamique collective des dislocations [RIC06b]. Elle provient des ondes élastiques générées par des changements de structure soudains, localisés et irréversibles, à l'intérieur d'un matériau, libérant ainsi l'énergie de déformation stockée. Des phénomènes comme le glissement des dislocations, le maclage, les transformations de phase ou la fissuration sont ainsi sources d'émission acoustique. En particulier, l'émission acoustique permet d'étudier les avalanches de dislocations, c'est-à-dire les pics d'activité plastique impliquant le mouvement localisé et synchronisé d'un grand nombre de dislocations, en caractérisant leur énergie, dans l'espace et le temps. Par ailleurs, des monocristaux métalliques (Cd et Zn) déformés à température ambiante et présentant du maclage [RIC06b] sont caractérisés par des distributions en loi puissance des énergies acoustiques similaires. L'émission acoustique permet ainsi de montrer que même si le maclage à température ambiante peut ne pas engendrer des sauts de déformation visibles sur les courbes de déformation, la déformation induite n'en reste pas moins intermittente à une échelle locale.

De récentes analyses d'émission acoustique sur des alliages d'AlMg présentant l'effet PLC ont mis en avant un comportement spatiotemporel caractérisé par des distributions en loi puissance sur l'ensemble des courbes de déformation – pendant les fluctuations de contrainte mais aussi pendant la déformation macroscopiquement lisse avant la déformation critique [LEBY12a]. Cette statistique persistante permet donc d'apporter une preuve de la nature

invariante des processus plastiques régissant la déformation pendant la déformation stable et instable.

1.2.3. Ondes plastiques

En plus de la localisation et de l'intermittence de la déformation plastique, un autre aspect du comportement collectif de la plasticité a émergé ces dernières années. En particulier, des comportements ondulatoires ont été mis en évidence par une équipe de chercheurs pour plusieurs types de matériaux (polycristaux, monocristaux, métaux purs, alliages) grâce à l'application de différentes méthodes optiques, par exemple, l'interférométrie de speckle, qui montrent des structures de localisation de la déformation qui émergent de manière spontanée [ZUE97, ZUE07, ZUE09]. Les caractéristiques de ces ondes semblent, de plus, propres au stade de déformation. En effet, la propagation d'un front unique de déformation le long de l'éprouvette est observée lors du glissement facile des monocristaux. Le stade d'écrouissage linéaire subséquent est caractérisé par la propagation d'ondes de déformation localisées et équidistantes. Enfin, des zones de déformation localisée immobiles, approximativement équidistantes entre elles, structurent le stade d'écrouissage parabolique. Les auteurs considèrent toutefois sous le même angle les ondes révélées pendant la déformation macroscopiquement lisse et celles qui émergent lors de la localisation de déformation, les résolutions utilisées dans leurs travaux ne permettant pas de distinguer une éventuelle structuration fine des ondes.

Les travaux récents à une échelle mésoscopique d'autres auteurs ont confirmé que le caractère ondulatoire de la déformation plastique est généralisé. Une étude sur des alliages d'AlMg présentant l'effet PLC a ainsi révélé, à l'aide d'une méthode de corrélation d'images digitales, la présence d'ondes de vitesse de déformation locale qui se propagent lors de la déformation plastique macroscopiquement homogène, avant le début des fluctuations de contrainte [MUD11].

Par ailleurs, les auteurs de l'article [FRES09] ont réalisé simultanément des mesures d'émission acoustique et d'extensométrie locale à haute résolution, technique qui permet de mesurer un champ de déplacements locaux à la surface d'une éprouvette le long de l'axe de traction (voir Figure 1-12).

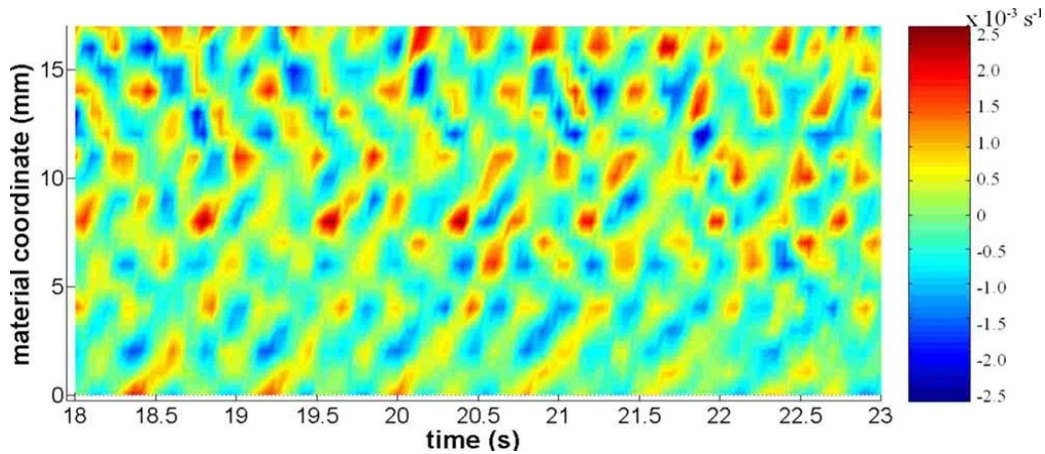


Figure 1-12. Fluctuations longitudinales de la vitesse de déformation dans un diagramme spatio-temporel pendant la transition élastoplastique. Les lignes caractéristiques en pointillés se déplacent de la gauche vers la droite de la zone utile à une vitesse moyenne de 1 cm/s, reflétant l’intermittence et le transport. La vitesse de déformation est de $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Les fluctuations peuvent atteindre la vitesse maximale de $2,5 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ [FRES09].

La Figure 1-12 présente un diagramme spatio-temporel de la vitesse de déformation locale dans un monocristal de cuivre orienté pour du glissement multiple. L’aspect intermittent de la plasticité se retrouve bien sur ce diagramme au travers de la localisation de pics de vitesse de déformation (appelés aussi « bursts » de déformation plastique) caractérisés par des taches de couleurs allant du jaune au rouge. On peut également remarquer que bien que localisées, les positions successives au cours du temps de ces « bursts » ont tendance à s’organiser le long de lignes apparentes, qui suggèrent une propagation ondulatoire de la déformation plastique [FRES09].

Ce « dualisme » de la déformation plastique, montrant à la fois l’intermittence et l’aspect propageant, a également été confirmé récemment par cette même technique sur des alliages AlMg exhibant l’effet PLC, notamment avant la déformation critique pour l’apparition des instabilités de type B [BOUG11]. Des zones d’activité plastique maximale se succèdent de manière intermittente, se déplaçant le long de l’échantillon testé sous forme ondulatoire.

1.3. Approche des systèmes non linéaires

On a vu dans les sections précédentes que le mouvement collectif des dislocations répond dans de nombreux cas à un régime dynamique particulier caractérisé par une distribution en loi puissance des données statistiques, par exemple pour les matériaux présentant l’effet PLC

de type A [LEBY95, BHA02] et dont la courbe de déformation présente de fortes fluctuations de contrainte, comme pour des matériaux présentant une courbe de déformation bien plus lisse [WEI07, FRES09].

Ce type de distribution traduit une organisation intrinsèque des données statistiques, résultant de processus avalanches auxquels on ne peut pas attribuer d'échelle caractéristique : on parle alors de criticalité auto-organisée. D'après Bak qui a réalisé une étude détaillée sur le sujet, ce phénomène est caractéristique des systèmes à grand nombre de degrés de liberté soumis à une sollicitation lente [BAK88, BAK96]. On retrouve de nombreux exemples dans la nature (les séismes [GUT56], les avalanches de plaques de neige [FAI03]), en physique (l'effet Barkhausen dans les matériaux métalliques [COT91], les avalanches de vortex dans les supraconducteurs [MAT04], la fissuration [AUE98], les transformations martensitiques [VIV94], l'écoulement plastique discontinu [LEBY02, LEBY95] ou encore la dynamique de la fatigue [DUNA12]) et même dans la société (embouteillages, mouvements de foule).

- La criticalité fait référence à l'évolution du système vers un état caractérisé par des corrélations en loi puissance, ce terme étant emprunté de la théorie de transitions de phases. Un système dynamique peut atteindre l'état critique lorsque tous les éléments s'influencent mutuellement. Cela implique qu'une petite fluctuation peut provoquer une réaction en chaîne caractérisée par des corrélations en loi puissance.
- L'auto-organisation fait référence à la capacité des éléments du système à s'organiser en une structure et à la maintenir sans que cela nécessite l'intervention d'un facteur extérieur au système.

Un état critique est donc dit auto-organisé dans la mesure où il résulte des interactions dynamiques entre les composantes du système et non d'une perturbation externe, contrairement à un changement de phase (par exemple le passage de la phase liquide à la phase gazeuse) qui nécessite l'intervention d'un paramètre extérieur au système.

Cette théorie, à laquelle semble parfois répondre la dynamique des dislocations, peut être simplement illustrée par l'exemple classique du sable de Bak [BAK96]. Si l'on considère un tas de sable en équilibre et qu'on lui ajoute lentement de petites quantités de sable, la stabilité du tas est maintenue jusqu'à ce que le tas atteigne une pente critique. L'ajout d'un grain supplémentaire peut alors à tout moment perturber la stabilité du système et créer l'effondrement du système, c'est-à-dire des avalanches de sable de tailles différentes. La

répartition des tailles d'avalanches peut alors être décrite par une distribution en loi puissance, révélatrice d'un comportement invariant d'échelles. Par ailleurs, l'évolution temporelle des variables du système est caractérisée également par des spectres de Fourier en loi puissance. Ce type de comportement est souvent associé à des structures fractales auto-similaires, à la fois temporelles et spatiales [BAK96].

Plusieurs méthodes d'analyses ont été utilisées dans la littérature pour caractériser la dynamique du mouvement des dislocations [LEBY95, KUG04, DAR07, WEI07, SAR08, FRES09]. On se focalisera dans cette thèse sur l'analyse statistique qui sera utilisée pour l'étude de la distribution des amplitudes d'événements acoustiques, ainsi que sur l'analyse des spectres de Fourier de courbes contrainte-temps.

1.4. Comportement de matériaux étudiés dans la thèse

On a vu dans les sections précédentes que la seule considération des dislocations individuelles ne permet pas, dans la majorité des cas, d'expliquer le comportement des matériaux réels. Même dans le cas des monocristaux se déformant uniquement par glissement de dislocations, des phénomènes différents dépendants de l'échelle d'observation peuvent être provoqués par l'interaction de l'ensemble de dislocations entre elles et avec des obstacles, notamment l'intermittence ou la propagation de la déformation. De plus, la présence de joints de grains entre grains de différentes orientations cristallographiques dans les polycristaux, la présence d'atomes de solutés et éventuellement d'autres mécanismes microscopiques de déformation, rend le problème de la déformation plastique extrêmement complexe. C'est le cas des deux matériaux étudiés dans cette thèse, qui sont les aciers TWIP (pour Twinning Induced Plasticity) et le titane α commercialement pur. Ces matériaux possèdent des structures cristallographiques différentes mais sont réunis par le fait que leur plasticité est due à la fois au glissement des dislocations et au maillage. Leur comportement mécanique est présenté ci-dessous.

1.4.1. Aciers TWIP

Les aciers austénitiques FeMnC à haute teneur en manganèse ont été inventés en 1888 par Sir Hadfield [HAD88] et sont toujours d'un grand intérêt pour la recherche [BOUA11, CHE13] dans la mesure où leur comportement sous sollicitation mécanique et les mécanismes

complexes qui en sont responsables soulèvent toujours de nombreuses questions. Ces aciers présentent une grande résistance mécanique ainsi qu'une grande ductilité, qui font d'eux des candidats au potentiel exceptionnel pour l'industrie automobile notamment (voir Figure 1-13). Les excellentes propriétés mécaniques de ces aciers résultent de la combinaison d'un intense glissement des dislocations et de la présence de maillage, d'où la dénomination de l'effet TWIP (TWinning Induced Plasticity).

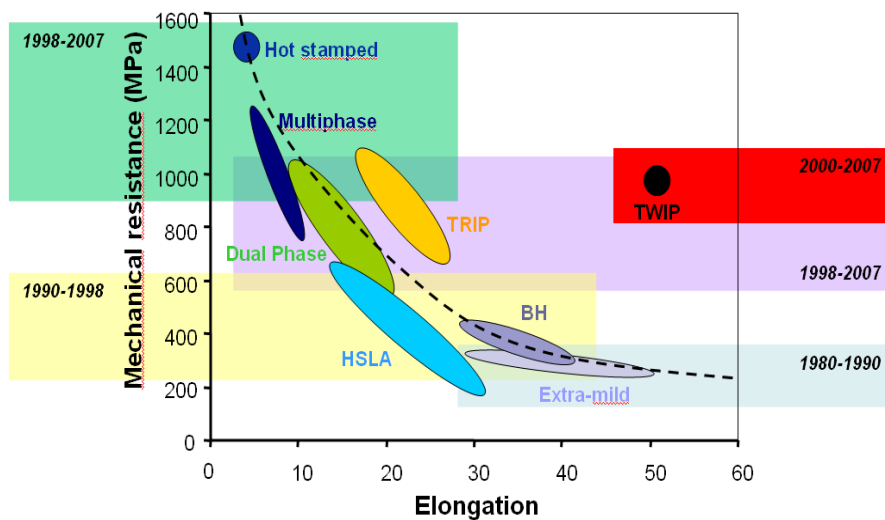


Figure 1-13. Classification de plusieurs aciers selon leur contrainte à la rupture en fonction de l'allongement [BOUA11].

La composition chimique des aciers FeMnC TWIP n'est pas standardisée mais Schumann [SCH72] a établi une équation qui donne une combinaison des teneurs en carbone et en manganèse minimales requises pour éviter la transformation martensitique et ainsi maintenir un domaine austénitique stable à 20°C. Elle s'écrit comme suit :

$$wt. \% Mn + 20wt. \% C \geq 32$$

I-8

Cette relation peut être illustrée au travers de la Figure 1-14. Comme le montre cette courbe, la présence de l'effet TWIP est désirable dans la mesure où il est associé à une grande résistance du matériau et à une augmentation de la limite élastique par rapport à des aciers à faible teneur en C ne présentant pas l'effet TWIP. En outre, les aciers FeMnC à l'effet TWIP sont caractérisés par un fort taux d'écroutissage. En revanche, ils présentent également un effet – indésirable – d'instabilité plastique : des fluctuations importantes de la contrainte lors de la

sollicitation en traction dans un intervalle de températures incluant la température ambiante, comme le souligne la Figure 1-15, et la localisation de la déformation plastique dans des bandes de déformation.

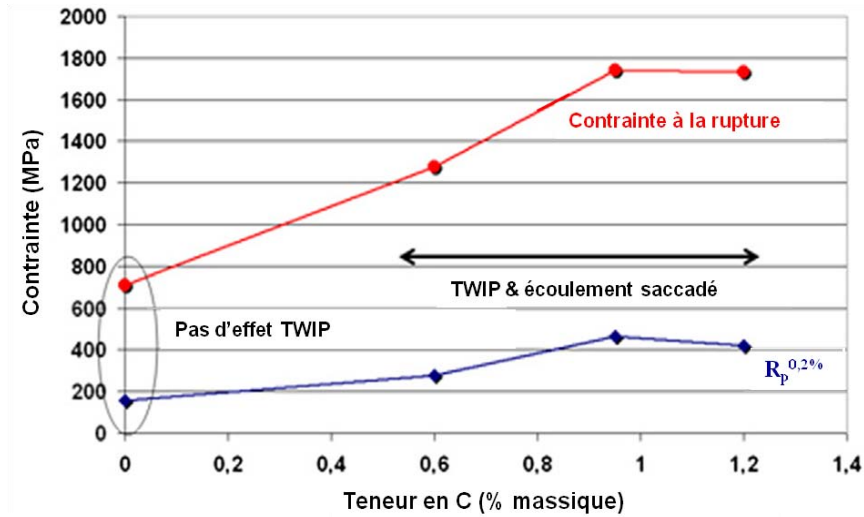


Figure 1-14. Influence de la teneur en carbone sur les propriétés mécaniques (contrainte à la rupture en traction et limite élastique à 0,2 % de taux de déformation) et sur l'occurrence des mécanismes de déformation de quatre alliages FeMnC, à température ambiante. [BOUA11].

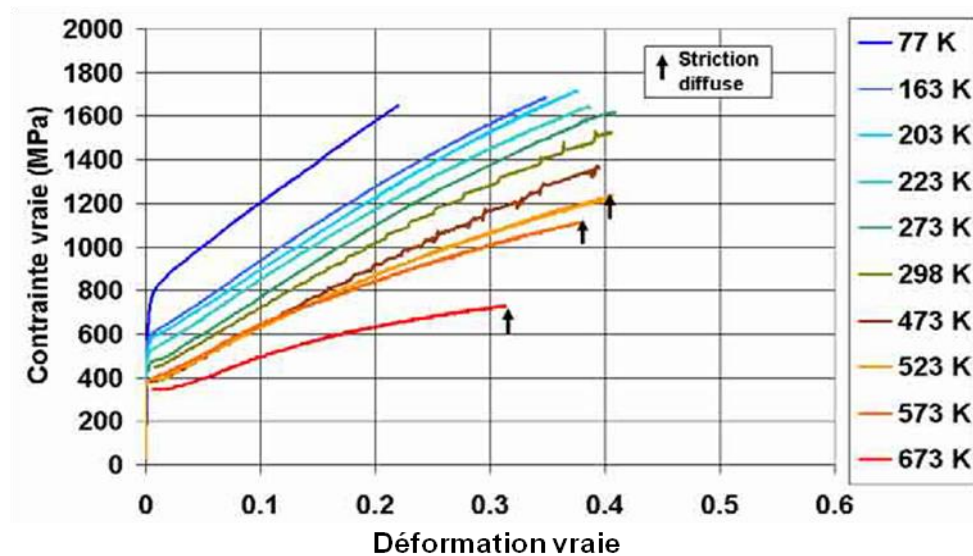


Figure 1-15. Courbes de déformation d'aciers austénitiques Fe-22Mn-0,6C [ALL04].

1.4.1.1. Mécanismes microscopiques

Glissement des dislocations

Comme on l'a vu à la section 1.1.1, les dislocations parfaites des cristaux CFC peuvent se dissocier en dislocations partielles de Shockley liées par un défaut d'empilement intrinsèque ou extrinsèque. Il s'avère être principalement intrinsèque dans les polycristaux qui présentent l'effet TWIP [IDR09]. La dissociation, même si elle est étroite, préviendra les dislocations du glissement dévié et fera en sorte que le glissement des dislocations parfaites dans ces alliages soit principalement planaire [BOUA11]. Le nombre de dislocations va tendre à augmenter favorisant ainsi l'empilement des dislocations et donc la concentration locale de contraintes.

Un des résultats importants des études récentes est que l'intense glissement des dislocations peut expliquer à lui seul le grand taux de durcissement que présentent ces aciers [BOUA11], d'autant plus que la fraction de macles reste généralement assez faible pour pouvoir contribuer significativement à la déformation plastique [ALL04]. Cependant, ces aciers sont caractérisés par la présence de maclage, dont le rôle reste toutefois important.

Maclage

La présence de maclage a été suggérée dans les années 50 [DOE52, OTT57, WHI62] lorsque les chercheurs ont observé un fort taux d'écrouissage en l'absence de martensite- ϵ . Quelques années plus tard, la présence de maclage a été confirmée par des analyses en microscopie électronique à transmission (MET) [RAG69, ROB64, SAS73]. Rémy a observé de grands empilements de dislocations aux joints de macles et a postulé que les macles peuvent jouer le rôle de nouveaux obstacles au glissement des dislocations, à l'instar des joints de grains [REM75]. Récemment, Bouaziz et al. ([BOUA08]) ont confirmé cette hypothèse. Ils ont mesuré l'effet Bauschinger lors d'essais de traction sur des aciers TWIP Fe-22 Mn-0.6 C stables à température ambiante qui présentent du maclage mais pas de transformation martensitique ϵ induite ni d'autres transformations de phase et qui possèdent une taille de grain allant de 1,3 à 22 μm . Ils ont constaté une contribution importante de l'écrouissage cinématique sur le comportement mécanique qu'ils ont reliée à la taille de grains et à la distance inter-macles au cours de la déformation et l'ont interprété par l'apparition de contraintes à longue distance induites par les empilements de dislocations.

Les macles mécaniques des structures CFC résultent du cisaillement d'une partie du grain parent de telle manière que la macle et le cristal parent ont une désorientation minimum de 60° par rotation autour d'un axe $\langle 111 \rangle$; le plan de maclage étant un plan $\{111\}$. Au niveau atomique, la formation de la macle se traduit par le passage de plusieurs dislocations partielles de Shockley entraînant des fautes d'empilement intrinsèques tous les plans $\{111\}$.

La ou les raisons pour lesquelles les macles apparaissent dans les aciers TWIP, c'est-à-dire les facteurs favorisant la dissociation des dislocations parfaites en partielles de Shockley, restent encore assez flous.

Plusieurs auteurs ont montré qu'une faible EFE comprise entre 20 et 50 mJ/m² est nécessaire pour l'activation du maclage mécanique dans les aciers TWIP mais elle paraît ne pas être le seul paramètre influant [NIE12, MEY01]. Le carbone semble avoir un rôle prépondérant sur l'occurrence du maclage dans ces aciers. En effet, Liang et al. ont constaté l'absence de maclage à température ambiante pour les alliages Fe-30Mn qui ne comportent pas de carbone [LIA09] par rapport à des alliages Fe₂₂Mn_{0,6}C ou Fe₁₇Mn_{0,9}C qui eux font intervenir glissement des dislocations et maclage, les trois alliages présentant tous une énergie de faute d'empilement proche. Il semblerait donc que le carbone soit nécessaire pour permettre l'apparition du maclage. De nombreux auteurs soutiennent l'existence d'une cission critique résolue (CRSS) pour le maclage [BRA09, CHR95, GUT10, KAR00, MEY01]. Christian et Mahajan ont en particulier supposé qu'elle pourrait dépendre de différents paramètres tels que le chargement appliqué (traction/compression), la température, une pré-déformation, la taille de grain ou la vitesse de déformation [CHR95]. La teneur en carbone pourrait donc être un paramètre supplémentaire.

En outre, certains auteurs supposent que les mécanismes de formation des macles sont bien plus complexes que la simple atteinte d'une contrainte seuil, et que leur compréhension nécessite la prise en compte de l'influence du glissement des dislocations sur la nucléation et la croissance des macles [DAN12].

1.4.1.2. Instabilité plastique dans des aciers TWIP

A température ambiante, l'instabilité plastique est observée dans des aciers FeMnC dans un large domaine de vitesses de déformation appliquée, comme le montre la Figure 1-16. Les sauts de contraintes qu'on observe sur les courbes de déformation sont associés à la nucléation des bandes de déformation à la surface de l'échantillon. Elles ont été mises en évidence par

plusieurs auteurs via des techniques d'extensométrie locale à haute résolution [LEBE09, CHA10] ou de corrélation d'images digitales [REN10].

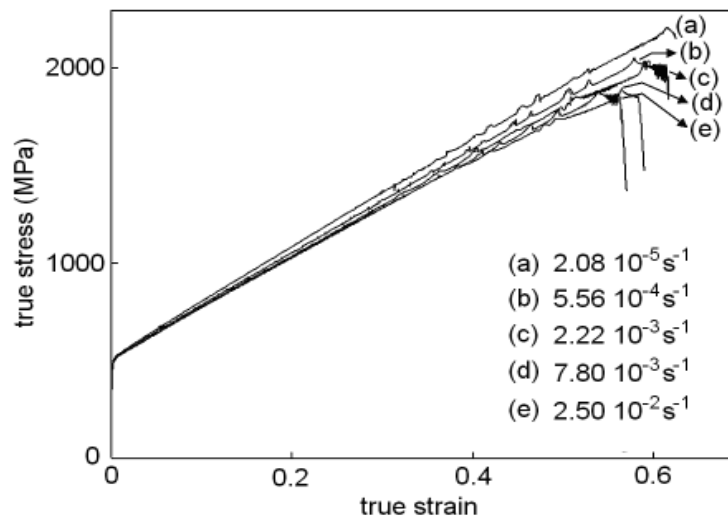


Figure 1-16. Courbes de traction d'un acier TWIP Fe22Mn0.6C pour différentes vitesses de déformation appliquées, à température ambiante ; présence d'instabilités plastiques à toutes les vitesses et sensibilité négative à la vitesse de déformation [CHA10].

On remarquera au travers de la Figure 1-16 que les fluctuations de contrainte sont similaires à celles du type A de l'effet PLC, à savoir des montées suivies de chutes de contrainte et des périodes de déformation relativement lisse. Cette figure montre également la sensibilité négative à la vitesse de déformation appliquée de la contrainte d'écoulement de ces aciers. Pour ces raisons, l'instabilité plastique de aciers TWIP est généralement associée à l'effet PLC, et donc au mécanisme de vieillissement dynamique ; voir par exemple [REN10, DEC12, LEE11].

Néanmoins, ce mécanisme semble être bien établi seulement pour des températures aux alentours de 150-200°C [BEL09, WAN11]. A température ambiante, plusieurs différences peuvent être identifiées entre l'instabilité observée dans les aciers TWIP et les caractéristiques de l'effet PLC classique. Par exemple, l'application de la méthode de l'extensométrie locale [CHA10] a permis de montrer que les bandes de déformation ont un caractère propageant persistant sur tout le domaine de vitesses de déformation étudié, s'étendant de $2,08 \times 10^{-5} s^{-1}$ à $2,5 \times 10^{-2} s^{-1}$. Comme on l'a vu dans la partie 1.2.1.2, les bandes de type A de l'effet PLC sont les seules affichant un caractère dynamique, les bandes de type B et C ayant un caractère statique. Cependant, les bandes de type A ne sont observées qu'à grande vitesse

de déformation (typiquement supérieures à 10^{-3} s^{-1}), les bandes de type B et C apparaissant lorsque la vitesse de déformation diminue, alors que l'on voit bien sur la Figure 1-16 que dans le cas de l'acier TWIP, des fluctuations de contraintes ayant les mêmes caractéristiques sont observées à toutes les vitesses de déformation appliquées. De plus, ces mêmes auteurs montrent que lorsqu'on réduit la vitesse de déformation appliquée, la vitesse de propagation des bandes de déformation des aciers TWIP diminue et atteint des valeurs très petites (quelques dixièmes de mm/s) ([CHA10], [LEBE09]) alors que les bandes de type A se déplacent bien plus rapidement (la vitesse minimale observée est de quelques mm/s).

Par ailleurs, comme on l'a vu dans la section 1.2.1.2, la sensibilité négative à la vitesse de déformation, bien que conditionnant la manifestation de l'effet PLC, n'est pas une caractéristique uniquement particulière à ce mécanisme.

Malgré ces contrarguments, l'hypothèse de l'effet PLC est la plus élaborée pour interpréter les instabilités dans les aciers TWIP ; à noter qu'elles apparaissent après l'atteinte d'une certaine déformation critique ε_{cr} . Ce paramètre peut être d'une grande importance pour éclaircir les mécanismes responsables des instabilités.

Effectivement, considérant les fondements de la théorie du vieillissement dynamique, une relation phénoménologique entre la déformation critique ε_{cr} , la concentration de solutés, la température, et la vitesse de déformation (voir équation 1-9) a été proposée dans [NAK70]. Elle permet d'estimer l'énergie d'activation des processus thermiquement activés responsable des fluctuations de contrainte. La déformation critique pour le début de l'instabilité apparaissant dans cette équation est donc un élément essentiel dans la détermination du rôle des interactions entre les dislocations et les atomes de soluté. En effet, étant donné que le vieillissement dynamique est un processus contrôlé par la diffusion des atomes de soluté, on s'attend à ce que l'énergie d'activation pour le début des fluctuations de contrainte soit du même ordre de grandeur que celle de la diffusion globale du carbone dans les aciers considérés.

$$\dot{\varepsilon} = KC^n \exp\left(-\frac{Q_M}{RT}\right) \varepsilon_{cr}^m \quad 1-9$$

où : $\dot{\varepsilon}$ est la vitesse de déformation

K , m et n sont des constantes empiriques

C est la concentration d'atomes de soluté (% massique)

Q_M est l'énergie d'activation pour les processus thermiques responsables des instabilités

R est la constante des gaz parfaits

T est la température

ε_{cr} est la déformation critique pour le début de l'instabilité plastique

Plusieurs auteurs ont mesuré ces énergies d'activation et des différences relativement importantes apparaissent entre les valeurs. Elles ont par exemple été évaluées à environ 15 kJ.mol⁻¹ dans des alliages Fe22MnCN [ALL04, BRA07, KUN08], à 60 kJ.mol⁻¹ [SHU92] et 104 kJ.mol⁻¹ [DAS81] dans des aciers Hadfield. Ces différences pourraient s'expliquer par les difficultés rencontrées pour identifier ε_{cr} , qui est déterminée comme le début des fluctuations de contrainte sur les courbes de déformation. En effet, vu que ces fluctuations n'apparaissent pas brusquement mais se développent progressivement, les résultats de mesures peuvent dépendre fortement de la résolution expérimentale.

Il se trouve que les estimations de l'énergie d'activation sont de manière générale bien faibles lorsqu'on les compare avec l'énergie d'activation pour la diffusion du carbone. En effet, l'énergie d'activation pour la diffusion du carbone dans ces aciers a été estimée à 172 kJ.mol⁻¹ d'après [SHU92] et à environ 140-150 kJ.mol⁻¹ par [DAS81]. Ces valeurs sont d'un ordre de grandeur plus élevées que les estimations de l'énergie d'activation des processus thermiquement activés relevées dans les aciers TWIP. L'apparition des instabilités ne peut en conséquence pas être expliquée par un mécanisme de vieillissement dynamique classique caractérisé par l'épinglage et le désancrage des dislocations par les atomes de carbone. Certains auteurs ont proposé que la présence des instabilités pouvait être reliée à la diffusion à courte portée des atomes de carbone dans le cœur des dislocations, l'énergie d'activation de ce processus étant plus faible que celle de la diffusion massive [BAL70] et se rapprochant de l'ordre de grandeur de l'énergie d'activation mesurée pour les aciers TWIP [DAS81]. Ces mêmes auteurs ont également suggéré que le mécanisme des instabilités pouvait être relié à une interaction complexe entre les dislocations et les dipôles Mn-C, explication peu probable compte-tenu du fait que des instabilités de même type sont présentes dans des aciers austénitiques ne contenant pas de manganèse [ALL08].

Une autre approche pour interpréter les instabilités est basée sur l'observation de cinématiques inhabituelles de bandes de déformation dans l'acier Fe22Mn0.6C à température ambiante. Cette approche a conduit les auteurs [CHA10, LEBE09] à suggérer que les macles ne contribueraient pas seulement à l'écroutissage mais également aux mécanismes gouvernant

l'instabilité plastique. Vu que le maclage peut conduire dans certaines conditions aux instabilités plastiques, comme souligné dans la section 1.2.1.3, ce mécanisme a été considéré comme pouvant être à l'origine des fluctuations. Afin d'expliquer la propagation de la déformation, il est possible de supposer que le maclage démarre dans une région donnée, puis va initier la nucléation de macles dans les sites voisins et va ainsi progresser dans les régions vierges de l'échantillon [LEBE09]. En effet, la formation d'une macle implique un mouvement coopératif d'un grand nombre d'atomes et de dislocations partielles pendant une courte période de temps, puis une forte relaxation des contraintes locales a lieu. Des preuves expérimentales de ce procédé ont été données par Vinogradov et al. lors de mesures d'émission acoustique sur un alliage Cu-Ge [VIN03]. Par ailleurs, Barnett et al. [BARN12] ont récemment montré, au travers de l'analyse de la microstructure d'alliages de magnésium déformés en compression, que les macles pouvaient se propager entre grains voisins par un mécanisme de relaxation des contraintes. Les fortes contraintes induites à l'extrémité d'une macle au niveau d'un joint de grain déclenchaient ainsi la nucléation d'une nouvelle macle qui relaxerait ces contraintes et se propagerait dans le grain voisin.

Cependant, Allain [ALL04] a estimé que la fraction de macles dans les aciers TWIP FeMnC n'était pas suffisante pour que le maclage puisse accommoder seul la déformation accumulée pendant les sauts de déformation. Il suggère que seul le glissement des dislocations soit en mesure d'expliquer le grand allongement de ces aciers. Il est donc plus probable que le mécanisme responsable des instabilités implique à la fois les dislocations et les macles. Notamment, on pourrait considérer que le champ de contraintes associé aux incompatibilités de déformation entre la macle et le reste du cristal soit une source importante de création de dislocations, promouvant ainsi la propagation des bandes de déformation.

1.4.1.3. Mécanismes de l'écrouissage

Comme on l'a vu dans les sections précédentes, le fort taux d'écrouissage observé dans les aciers TWIP pourrait être expliqué par les joints macles qui entravent le glissement des dislocations (effet Hall-Petch dynamique; voir la section 1.1.1) dans la mesure où :

- le taux d'écrouissage est plus faible pour des alliages Fe-30Mn qui ne présentent pas de maclage et pas de carbone [LIA09].
- même en l'absence de carbone, un alliage FeMnSiAl présentant du maclage montre un taux d'écrouissage important [IDR10b].

Une explication alternative considère le vieillissement dynamique des dislocations par les atomes de soluté [DAS81, ADL86]. Toutefois, comme mentionné dans le paragraphe précédent, la ressemblance entre la déformation plastique des aciers TWIP et l'effet PLC n'a été formellement établie que pour de hautes températures ($T > 400$ K) [BEL09, WAN11] ou pour les alliages avec une teneur en carbone suffisamment élevée, comme par exemple les alliages Fe20Mn1.2C [REN10].

De plus, Kim et al. ont récemment montré [KIM09, KIM10] au travers d'un modèle basé sur celui de Kubin-Estrin [EST86] que la contribution du vieillissement dynamique à la contrainte d'écoulement total d'un alliage Fe-18Mn-0.6C-1.5Al n'est pas plus élevée que 20 MPa à température ambiante, ce qui est négligeable ($< 3\%$).

En plus d'un écrouissage fort (voir Figure 1-16), les aciers TWIP présentent une évolution particulière de leur taux d'écrouissage $\Theta = d\sigma/d\varepsilon^p$ au cours de la déformation, sensiblement différente de l'évolution classiquement observée dans les matériaux CFC possédant une énergie de faute d'empilement moyenne ou élevée (voir Figure 1-17).

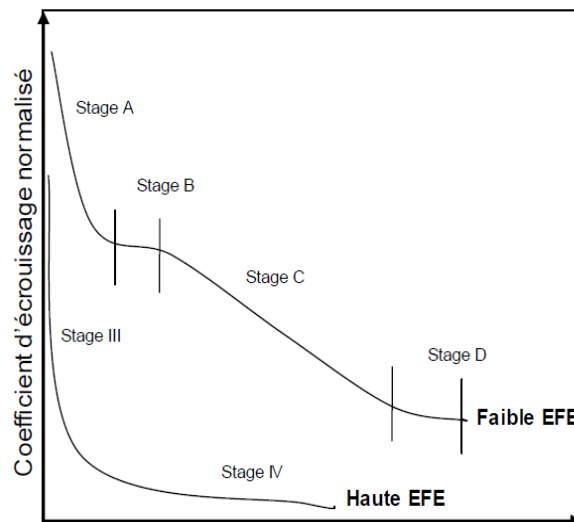


Figure 1-17. Représentation schématique des différents stades d'écrouissage observés dans la littérature suivant l'énergie de faute d'empilement du matériau [BARB09b].

Le même phénomène a déjà été observé dans d'autres métaux CFC à faible énergie de faute d'empilement, tels que le laiton [ASG97, ELD01, ELD99], des alliages de cobalt-nickel [REM78, ASG97, ELD01, ELD99, SIN92] ou des alliages nickel-chrome [MUL79], qui présentent également du maclage.

Plusieurs auteurs ont décrit l'évolution du taux d'écroutissage dans les aciers TWIP et ont tenté d'apporter des réponses quant aux mécanismes responsables [LEBE09, REN10, ALL04, REN12, BARB09a]. De manière générale, trois stades A, B et C peuvent être clairement distingués, parfois suivis d'un stade D voire E. Le stade A est classiquement caractérisé par un taux d'écroutissage décroissant, le stade B est associé à un taux d'écroutissage constant voire croissant [ASG97, BARB09a, LEBE09, REN10, REN12] et le stade C correspond à un taux d'écroutissage à nouveau décroissant. Les auteurs divergent à propos des mécanismes responsables de chacun des trois stades mais ils s'accordent néanmoins sur le fait que le maillage soit majoritairement en cause. Deux tendances s'affrontent en particulier. D'un côté, Renard et al. [REN12] supposent que les macles apparaissent assez tôt dans la déformation (avant le stade B) mais qu'un certain niveau de contrainte est nécessaire pour leur permettre d'être suffisamment épaisses et nombreuses pour avoir un effet sur le taux d'écroutissage. Des analyses de MET réalisées par la même équipe [IDR10a] sur le même matériau ont montré de larges chevauchements de défauts d'empilement entourés de dislocations partielles à une déformation de 0,02, mais aucune macle n'a été détectée à ce niveau de déformation. Cela implique que le maillage est un mode de déformation qui s'installe progressivement. Ce niveau de contrainte serait donc atteint au début du stade B. La fraction de macle augmenterait alors jusqu'à saturation et le début du stade C.

D'un autre côté, plusieurs auteurs [ASG97, ELD01, ELD99, BARB09a] ont montré que le début du stade B coïncide avec l'apparition des premières macles de déformation. D'autres auteurs ont suggéré qu'il pouvait s'agir de l'activation de systèmes de maillage secondaire [LEBE08, ALL04]. Renard et al. ne s'accordent pas sur ces explications [REN12] et supportent plutôt l'idée d'une augmentation significative de la fraction volumique de macles qui rendrait l'effet durcissant des macles efficace, soit par un effet Hall-Petch dynamique [BOUA01, BOUA08, RAG69, REM77] et/ou par une différence de résistance entre les macles et la matrice [KAR00, IDR10a, IDR10b, GIL09]. Davantage de macles se forment alors, réduisant le libre parcours moyen des dislocations, comme l'ont suggéré Gutierrez-Urrutia et al. [GUT11]. Cette dernière hypothèse est par ailleurs à la base d'un modèle de plasticité cristalline visant à décrire l'écroutissage d'un acier TWIP Fe₂₀Mn_{1,2}C [DAN12], qui reproduit avec succès les courbes expérimentales.

1.4.2. Titane

Les alliages de titane sont largement utilisés dans les industries aéronautique et biomédicale grâce à leur rapport {limite élastique / densité} élevé, à une grande résistance à la corrosion et à une bonne bio-compatibilité. Par conséquent, ce matériau fait l'objet de recherches intenses depuis plusieurs dizaines d'années. De nombreuses études sont dédiées au titane commercialement pur (CP) dans la mesure où ses mécanismes de déformation ne sont pas encore bien compris.

Structure cristallographique

Contrairement aux matériaux avec des structures cubiques plus isotropes, qui se déforment souvent uniquement par glissement des dislocations, les matériaux hexagonaux ne possèdent pas suffisamment de systèmes de glissement faciles activés pour supporter un changement de forme arbitraire (5 au minimum sont nécessaires d'après la condition de Von Mises). En conséquence, leur déformation est généralement accommodée par l'occurrence de maillage [CHR95] et/ou l'activation des systèmes plus difficiles qui possèdent un vecteur de Burgers $\langle c+a \rangle$.

On dénombre trente systèmes de glissement qui peuvent être observés lors de la déformation du titane- α (Figure 1-18) et dix-huit systèmes de maillage principaux. Les systèmes de maillage sont donnés par rapport aux plans et directions de maillage, K_1 et η_1 . A la différence du glissement, le sens de la direction du maillage est très important du point de vue mécanique car l'orientation cristallographique de la macle sera différente selon le sens du cisaillement. Dans les matériaux hexagonaux, on fait référence à des « macles d'extension » (respectivement « macle de contraction ») lorsque le système de maillage activé entraîne l'extension (respectivement la contraction) de l'axe $\langle c \rangle$. Une famille de systèmes de maillage peut être directement identifiée à partir de l'angle de désorientation minimum entre le grain parent et la macle et l'axe de rotation associé (Figure 1-19).

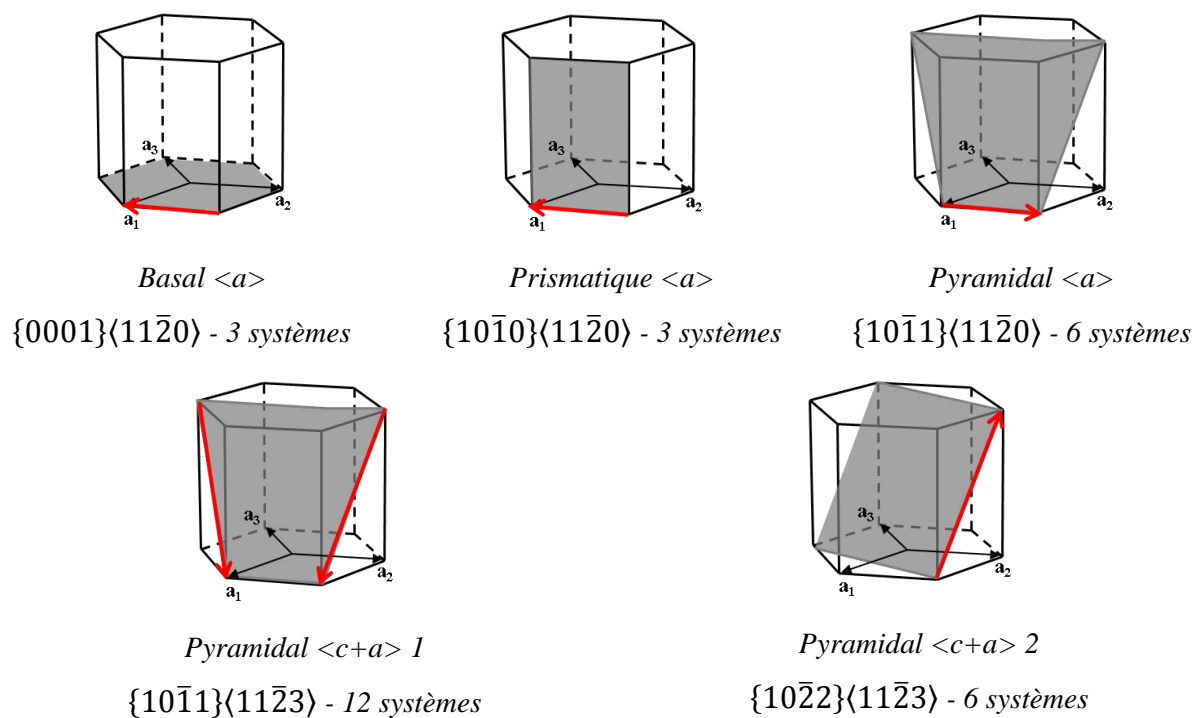


Figure 1-18. Systèmes de glissement dans le titane hexagonal.

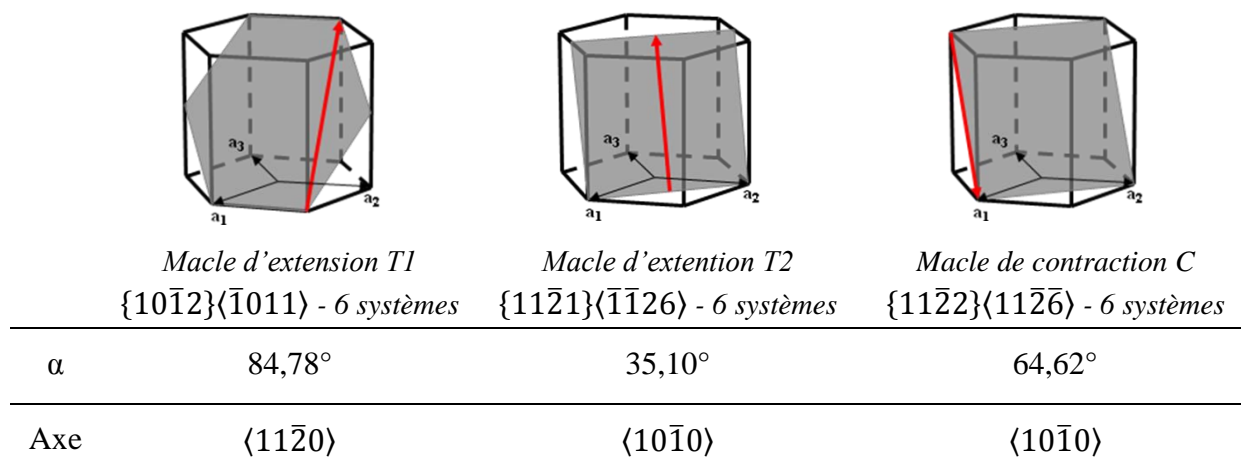


Figure 1-19. Macles de déformation dans le titane hexagonal. α désigne l'angle de désorientation minimum

Maclage et propriétés mécaniques

En raison de la valeur du rapport $c/a > 1$, les métaux hexagonaux sont caractérisés par une forte anisotropie des propriétés mécaniques selon les directions cristallographiques. De plus, ce rapport varie d'un matériau hexagonal à un autre (aucun métal à structure hexagonale n'est idéalement compact, c'est-à-dire avec un rapport $c/a = (8/3)^{1/2}$ [HUL01], bien que le magnésium et le cobalt s'en approchent), et peut donc faire varier les propriétés mécaniques entre différents matériaux HC. Notamment, le rapport c/a a une forte influence sur le rôle du maclage, qui, comme on l'a vu précédemment, peut être amené à entrer en compétition avec le glissement des dislocations. Par exemple, à température ambiante, le magnésium ($c/a = 1,624$) est bien connu pour montrer davantage de maclage que le titane- α ($c/a = 1,587$) [GHA11].

Malgré cela, les matériaux HC manifestent souvent des propriétés mécaniques similaires, comme une asymétrie de la limite élastique selon le signe de la contrainte et la texture du matériau, un fort taux d'érouissage, et, selon la direction de chargement et en relation avec la texture, une forme inhabituellement concave des courbes de compression (voir par exemple [JIA08]). Ces particularités sont souvent interprétées du point de vue du maclage. Toutefois, des interprétations et des explications concordantes des propriétés mécaniques entre différents auteurs sont difficiles à obtenir, dans la mesure où même les observations expérimentales d'un matériau spécifique peuvent faire matière à débat.

Le phénomène d'asymétrie traction-compression fait généralement référence à une faible limite d'élasticité en compression par rapport à la traction, comme c'est souvent le cas pour les alliages de magnésium [REE73a]. Cet effet a été attribué au maclage, justifiant qu'il constituait un mode de déformation supplémentaire en compression. Dans le même temps, Nixon et al. ont réalisé des expériences sur le titane pur qui ont montré soit des valeurs approximativement égales à la valeur de la limite élastique en traction et compression, ou bien une plus faible valeur en traction [NIX10].

Cette différence entre les comportements de deux matériaux HC peut être expliquée par le fait que dans l'étude menée par Nixon et al., le maclage a été observé après un certain pourcentage de déformation plastique, alors que les macles ont été détectées immédiatement après la transition élastoplastique dans [REE73a]. D'un autre côté, une telle explication n'est pas valable pour justifier un autre type d'asymétrie observé lors de sollicitations en traction d'échantillons de Zr ($c/a = 1,593$). En effet, les échantillons déformés le long de la direction

de laminage présentent une plus faible limite élastique que ceux déformés selon la direction transverse, bien que le début de l'écoulement plastique dans les échantillons « transverse » a été associé au début du maillage [REE64].

De nombreux auteurs s'accordent sur le fait que les joints de macles jouent le rôle de barrières au glissement des dislocations, tout comme les joints de grains, et peuvent ainsi contribuer à l'augmentation de la contrainte d'écoulement [CHR95, MEY01]. Cette suggestion n'est toutefois pas si évidente qu'elle pourrait paraître. En effet, Chichili et al. ont effectué des mesures de limite élastique d'échantillons pré-déformés et ont montré que la limite élastique des échantillons comportant une plus grande fraction de macles n'étaient pas significativement plus grande que celle des échantillons présentant peu de macles [CHIC98]. De plus, elle se trouvait être inférieure aux niveaux des contraintes d'écoulement présentés par ces échantillons en chargement direct. Cette observation est cependant à considérer avec précaution dans la mesure où d'autres aspects de l'effet du maillage, comme par exemple la facilitation du glissement des dislocations grâce à la réorientation du réseau à l'intérieur des macles, doivent être pris en compte.

Comportement de l'écrouissage

Tout comme les aciers austénitiques TWIP, de nombreux auteurs ont identifié trois stades sur les courbes de déformation de différents matériaux hexagonaux comme le montre la Figure 1-20. Dans certains cas, l'augmentation de Θ n'est pas observée mais le stade B est tout de même identifié et caractérisé par un adoucissement de la pente décroissante par rapport au stade A [BEC13], ce qui atteste d'une allure générale du comportement en trois stades. Cependant, plusieurs auteurs émettent des hypothèses différentes quant aux mécanismes responsables de ces variations dans l'évolution du taux d'écrouissage.

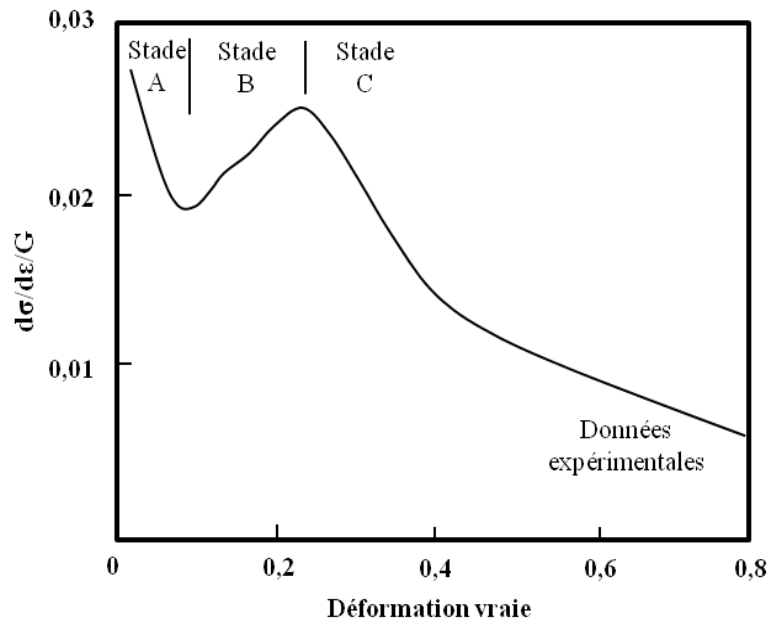


Figure 1-20. Evolution du taux d'écrouissage normalisé par le module de cisaillement G en fonction de la déformation vraie pour un polycristal de Titane à haut degré de pureté sollicité en compression. D'après [SAL06].

En ce qui concerne le titane commercialement pur, différents points de vue sont présentés et discutés dans la littérature [KAI94, NEM99, SAL02, SAL03, SAL06, BEC13]. Prenant en compte une forte texture, Kailas et al. suggèrent une analogie avec les stades d'écrouissage bien connus qui ont lieu dans les monocristaux, à savoir que les trois stades observés dans le CP-Ti correspondraient au glissement simple, au glissement multiple et à la restauration dynamique [KAI94], respectivement. Nemat-Nasser et al. ont suggéré que le stade B pouvait être associé au vieillissement dynamique des dislocations, causé par leur interaction avec les atomes de soluté [NEM99]. Toutefois, cette explication ne semble pas valable à température ambiante puisque le vieillissement dynamique ne se manifeste dans le Ti que dans un domaine de 500-850 K comme le montrent les références [DON73, REE95, LECO97] et comme l'ont discuté Salem et al. [SAL02, SAL03, SAL06] qui ont réalisé des recherches approfondies sur la plasticité du titane et les changements microstructuraux associés. Ces auteurs ont établi que le stade B coïncide avec l'initiation du maclage dans le titane. Ils associent le stade A au régime habituel de restauration dynamique observé dans les métaux à forte énergie de faute d'empilement, le stade B à l'effet de résistance au glissement des dislocations provoqué par les macles, et le stade C à la saturation de la fraction volumique de macles.

Des mécanismes différents ont été proposés pour d'autres matériaux HC [COG12, BARN04, SAR12, WAN12]. Par exemple, Sarker et Chen ont remarqué une fraction volumique de macles croissante pendant le stade A lors de la compression d'un alliage de magnésium AM30, suivi par une baisse de la fraction de macles (démaclage) après la fin de ce stade [SAR12]. Ils ont supposé que le stade A est causé par du maclage intense, le stade B est dû à l'interaction des dislocations avec les macles générées pendant le stade A et un éventuel démaclage conduirait à la diminution du taux d'écroutissage dans le stade C. Selon eux, le démaclage résulterait de la dissociation d'une dislocation parfaite empilée au joint de macle en une dislocation partielle de glissement et une partielle de maclage. Cette dernière va contribuer à la migration du joint de macle dans la direction opposée à sa direction de croissance, et ainsi affiner la macle au fur et à mesure que la contrainte augmente. Wang et al. ont étudié la compression d'un alliage de magnésium AZ31 et ont suggéré que la principale contribution à l'augmentation de Θ provient du renforcement de la texture résultant de l'action du maclage, qui a engendré la rotation des grains en une orientation qui rend le glissement plus difficile [WAN12].

La majorité des travaux cités jusqu'à présent reflète le comportement à l'écroutissage du titane déformé en compression. La plupart des travaux en tension présentent des courbes de traction habituelles avec une allure proche d'une parabole (voir Figure 1-21), typique des polycristaux (voir par exemple [NIX10, MUR12]), à l'exception de récents travaux réalisés par Becker et Pantleon, qui ont identifié trois stades lors de l'écroutissage de CP-Ti déformé en traction [BEC13]. Cependant, l'effet observé est relativement faible, dans la mesure où le taux d'écroutissage diminue avec une pente plus douce dans le stade B (par rapport au stade A) dans tous leurs essais. On ne peut donc pas conclure avec certitude qu'une déformation plastique en trois stades ait lieu lors d'essais de traction.

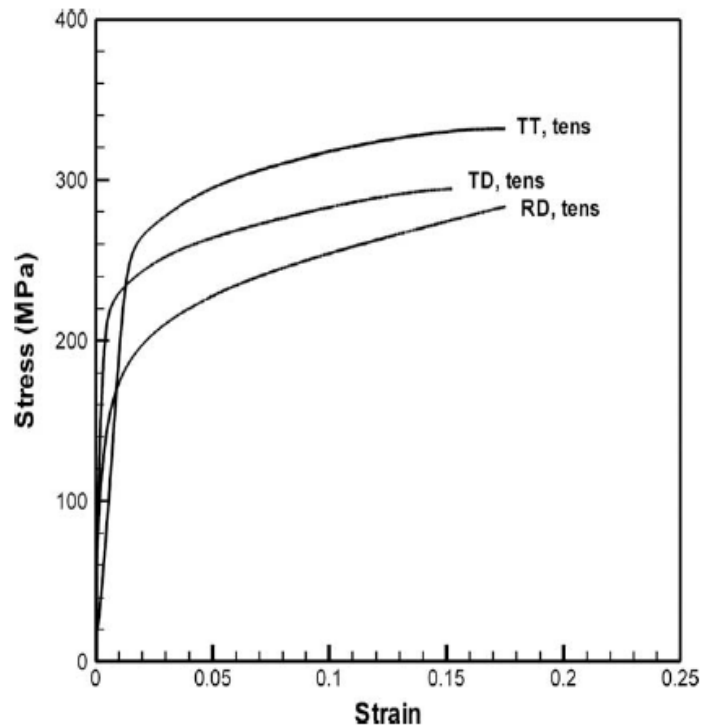


Figure 1-21. Courbes de déformation en traction uniaxiale réalisées sur des échantillons de Titane selon la direction de laminage (RD), transverse (TD) et selon l'épaisseur (direction normale à RD et TD) [NIX10].

1.4.3. Questions ouvertes

La présentation des deux matériaux permet de soulever plusieurs questions indépendantes pour l'un et l'autre, et néanmoins plus fondamentales en ce qui concerne le rôle du maillage et du glissement des dislocations et les différences entre leurs interactions dans les deux matériaux. Ces deux matériaux font tous deux intervenir des interactions entre maillage et glissement des dislocations. Les macles mécaniques que l'on trouve dans les aciers TWIP sont très fines, contrairement à la morphologie des macles thermiques ou des macles mécaniques que l'on peut trouver dans les matériaux hexagonaux comme le titane, le magnésium ou le zirconium. Des analyses de MET et ECCI (Electron Channelling Contrast) [ALL04, GUT10] ont montré que les macles que l'on trouve dans les TWIP ont une épaisseur de l'ordre de 30 nm à 200 nm, selon le niveau de déformation plastique et qu'elles sont organisées en paquets. Les aciers TWIP et le titane commercialement pur présentent tous deux un comportement similaire à l'écroutissage mais néanmoins des différences dans

l'écoulement du matériau, qui apparaît très homogène pour le titane, et saccadé pour les aciers TWIP.

La description du comportement des TWIP est sujette à de nombreux points de vue différents dans la littérature dans la mesure où de nombreuses caractéristiques ne sont pas encore clairement expliquées et sont probablement reliées les unes aux autres : la grande ductilité de ces aciers, leur fort taux d'écrouissage et la présence de l'instabilité plastique.

Le comportement mécanique du titane commercialement pur soulève également de nombreuses interrogations. En effet, si de manière générale, les caractéristiques du titane et des autres matériaux hexagonaux sont souvent considérées du point de vue du maclage, voir par exemple [JIA08, BARN07, SAL06, SAR12, COG12], de nombreuses interprétations divergentes de ces caractéristiques sont pourtant livrées. On relèvera tout d'abord un premier sujet de controverse concernant l'observation des toutes premières macles mécaniques, et de manière plus générale, le rôle du maclage dans la déformation du matériau. Par ailleurs plusieurs points de vue divergent quant aux mécanismes responsables des variations du taux d'écrouissage observées notamment lors d'expériences de compression.

L'étude de ces deux matériaux en parallèle permettra de préparer une base pour confronter les mécanismes responsables du comportement de ces matériaux et d'approfondir la connaissance de ces mécanismes que sont notamment le maclage et le glissement des dislocations.

1.5. Formulation du problème

La présentation des deux matériaux que sont les aciers TWIP et le titane commercialement pur et qui seront étudiés dans cette thèse a permis de mettre en avant des propriétés communes à ces deux matériaux, telles qu'un taux d'écrouissage élevé et évoluant d'une manière similaire au cours de la déformation. Cependant, des différences notables apparaissent également ; le titane commercialement pur a un comportement a priori homogène avec une courbe de déformation lisse alors que les aciers austénitiques TWIP présentent des fluctuations de contrainte importantes à température ambiante. La déformation de ces deux matériaux à la structure cristalline très différente fait intervenir du maclage, dont le rôle n'est, dans les deux cas, pas précisément défini. Toutefois, dans les deux cas à nouveau, le glissement des dislocations reste présent et prépondérant pour accommoder la déformation plastique. Il convient dans ce travail d'éclaircir les mécanismes responsables du

comportement de ces deux matériaux en positionnant le rôle du maclage et du glissement des dislocations. On cherchera en particulier à éclaircir le mécanisme des instabilités plastiques et notamment le rôle de l'interaction des dislocations avec les atomes de soluté dans les aciers TWIP, en accordant un intérêt particulier à la déformation critique pour le début des fluctuations macroscopiques de la contrainte. L'étude sur le titane sera conduite au travers d'essais de traction, pour permettre l'utilisation conjointe d'un dispositif de mesure d'extensométrie à haute résolution. On s'intéressera en particulier à l'écrouissage de ce matériau et aux mécanismes qui en sont responsables.

2. Techniques expérimentales

Les expériences menées sur les aciers TWIP et le titane commercialement pur s'inscrivent dans le cadre d'une étude multi-échelles qui devrait permettre de comparer leur comportement à l'échelle macroscopique (données globales des essais de traction), à des échelles mésoscopiques (données d'extensométrie locale, et d'émission acoustique) et à l'échelle microscopique (analyses de la microstructure) et d'éventuellement établir des liens entre ces échelles. Cela permettra alors d'offrir une meilleure compréhension des mécanismes plastiques qui gouvernent la déformation de ces matériaux.

La première partie de ce chapitre sera consacrée à la description des essais de traction, la seconde décrira la technique d'extensométrie locale menant à la construction des cartes spatio-temporelles de vitesses de déformation. L'application de l'émission acoustique sera décrite dans une troisième partie. Enfin, les analyses entreprises sur la microstructure seront présentées dans la quatrième partie.

2.1. Essais de traction

2.1.1. Principe de l'essai

L'essai de traction uniaxial est un essai mécanique classique permettant de déterminer les propriétés mécaniques macroscopiques des matériaux. Il consiste à imposer une force F (respectivement un allongement ΔL) à une éprouvette de traction selon son axe et à mesurer l'allongement (respectivement la force) qui en résulte. Dans cette étude, le choix de l'essai de traction permet l'utilisation simultanée de la technique d'extensométrie locale à haute résolution. Les essais de traction sont réalisés sur une machine de traction Zwick/Roell de capacité maximale 100 kN. Pour une meilleure résolution du signal de force, une cellule de charge de 10 kN est utilisée. L'éprouvette est fixée entre des mors auto-serrants, le mors supérieur étant fixe et celui du bas mobile, en prenant bien garde à sa verticalité et au placement de ses têtes au centre de chaque mors. Les essais sont réalisés à température ambiante, à vitesse de déplacement de traverse constante, c'est-à-dire en configuration de machine dure (la rigidité de la machine est d'environ 10^7 N/m). Le déplacement de la traverse est contrôlé par le logiciel testXpert. Les essais sont réalisés à des vitesses de déformations

initiales, c'est-à-dire rapportées à la longueur initiale de l'éprouvette, comprises entre $2,1 \times 10^{-5} s^{-1}$ et $2,5 \times 10^{-2} s^{-1}$.

Comme nous le verrons dans la section 2.2, la technique d'extensométrie locale ne permet de couvrir qu'une partie de la zone utile de l'éprouvette, pendant un intervalle de temps limité. Nous avons donc eu recours à l'utilisation d'un extensomètre mécanique pour connaître l'allongement réel de l'échantillon et tracer les courbes de déformation. Les couteaux de l'extensomètre mécanique sont positionnés aux extrémités de la zone utile (voir Figure 2-1) et ceux placés à l'extrémité inférieure se déplacent en même temps que l'échantillon s'allonge. Le déplacement enregistré par l'extensomètre mécanique est donc révélateur de l'allongement de l'échantillon, indépendamment du déplacement de la traverse, ce qui permet le calcul des contraintes et de la déformation plastique en s'affranchissant de la rigidité de la machine.

Etant donné que la technique d'extensométrie locale nécessite de placer la face la plus large de l'éprouvette face à la caméra CCD, l'extensomètre mécanique ne peut pas être utilisé simultanément dans ces conditions en raison de la présence du bâti de la machine de traction.

Des mesures d'extensométrie mécanique ont donc été réalisées sans la caméra CCD.

Lorsque l'extensomètre mécanique n'a pas pu être utilisé, une estimation de la déformation plastique $\varepsilon^p(t)$ a pu être obtenue à partir de la courbe $F(\Delta L)$ (force F en fonction de l'allongement de l'échantillon ΔL) (voir par exemple [BOUG11]).

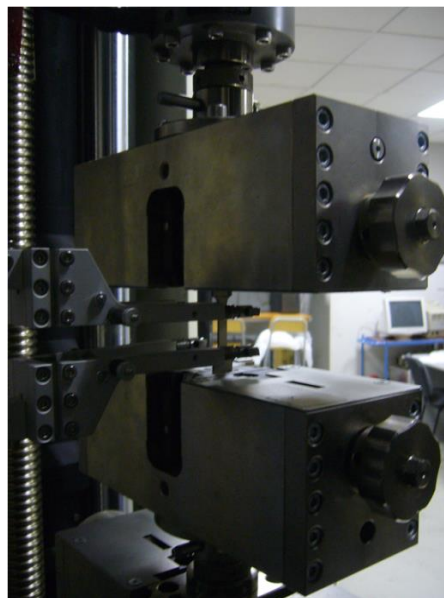


Figure 2-1. Essai de traction – extensomètre mécanique.

2.1.2. Caractéristiques des éprouvettes

Des éprouvettes plates de titane ont été découpées à partir de la tôle initiale selon deux orientations : un premier lot d'échantillons a la direction de traction selon la direction de laminage (DL) ; le second a la direction de traction selon la direction transverse (DT), voir Figure 2-2. La zone utile a les dimensions suivantes : $30 \times 7 \pm 0,02 \times 1,62 \text{ mm}$; les dimensions globales des éprouvettes de traction sont données sur la Figure 2-2. Comme on le verra par la suite, certaines éprouvettes ont été polies avant déformation ; l'épaisseur de la zone utile pour ces échantillons est alors quelque peu réduite : $e = 1,52 \pm 0,02 \text{ mm}$.

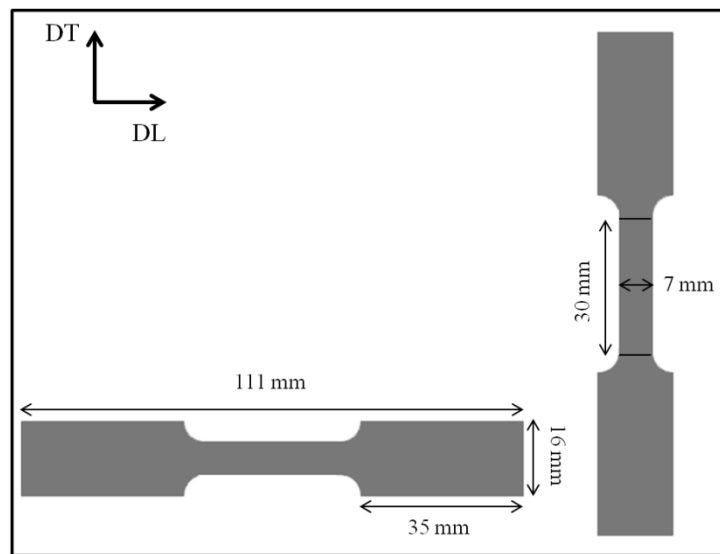


Figure 2-2. Découpe des éprouvettes de titane commercialement pur selon deux orientations.

Les vitesses initiales de déformation de ces échantillons sont comprises entre $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. Pour chaque vitesse, au moins deux échantillons de chaque orientation sont testés, pour lesquels on dispose des données de l'extensométrie locale. De plus, au moins un échantillon supplémentaire est déformé à chaque vitesse, avec la présence de l'extensomètre mécanique.

Des éprouvettes d'acier Fe22Mn0,6C wt.% ont été découpées dans la tôle initiale selon des dimensions différentes. Cela a notamment permis de vérifier que la persistance du mode de propagation des bandes de déformation (voir 1.4.1) est indépendante de la taille de l'échantillon, même si une étude systématique de l'effet de la taille sur la propagation n'a pas été réalisée dans cette thèse. Les premiers échantillons (type A) ont une zone utile de

75 mm × 5,4 mm × 0,6 mm et sont déformés à des vitesses comprises entre $2,2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; les seconds (type B) ont une zone utile de 60 mm × 12,6 mm × 1,25 mm et sont déformés à des vitesses comprises entre $2,1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ et $2,5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Chaque échantillon est déformé jusqu'à la rupture.

Un tableau récapitulant les caractéristiques de chaque éprouvette d'acier et de titane testée et l'ensemble des conditions expérimentales pour chaque essai sera présenté à la fin de ce chapitre (voir 2.5)

2.1.3. Traitement des données

Calcul des contraintes et déformations

Les données de la force F et de l'allongement ΔL donné par l'extensomètre mécanique sont exploitées pour construire les courbes contrainte vraie-déformation vraie. En supposant une déformation uniforme ⁽²⁾ et un volume constant, on peut estimer la contrainte vraie et la déformation vraie à partir de la contraintes nominale σ_{nom} et de la déformation nominale ε_{nom} qui se définissent comme :

$$\sigma_{nom} = \frac{F}{S_0} \quad \text{et} \quad \varepsilon_{nom}(t) = \frac{\Delta L(t)}{L_0} \quad \text{2-1}$$

où L_0 est la longueur initiale de la zone utile et $\Delta L(t)$ est l'allongement à l'instant t de l'échantillon.

La déformation vraie ε_{vraie} est calculée à partir de la longueur actuelle L de l'échantillon, c'est-à-dire $\{L_0 + \Delta L\}$.

$$\varepsilon_{vraie} = \ln\left(\frac{L}{L_0}\right) = \ln(1 + \varepsilon_{nom}) \quad \text{2-2}$$

⁽²⁾ L'hypothèse de déformation uniforme est vérifiée par :

- la forme de l'éprouvette avant la striction
- les résultats des mesures d'extensométrie locale, comme on le verra dans les résultats présentés dans les chapitres suivants.

La contrainte vraie σ_{vraie} est ensuite calculée comme suit:

$$\sigma_{vraie} = \sigma_{nom}(1 + \varepsilon_{nom}) \quad 2-3$$

On peut alors déterminer le module d'Young E, déterminer la déformation plastique par soustraction de la partie élastique σ/E et calculer le taux d'écroutissage instantané $\Theta = d\sigma/d\varepsilon^p$. La Figure 2-3 donne un exemple des courbes utiles à l'exploitation des résultats pour un échantillon de titane.

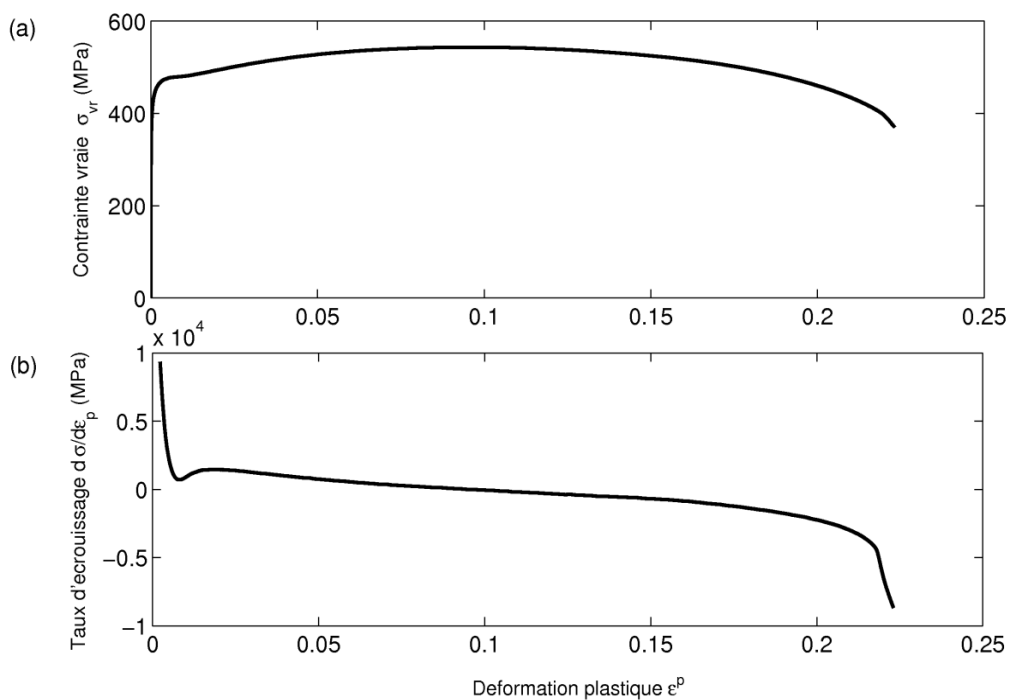


Figure 2-3. Déformation d'une éprouvette de titane commercialement pur à $8.10^{-3} s^{-1}$; (a) courbe contrainte vraie – déformation plastique. (b) évolution du taux d'écroutissage ($d\sigma/d\varepsilon^p$) en fonction de la déformation plastique.

Analyses de séries temporelles : transformation de Fourier

En plus de ce traitement conventionnel, afin de caractériser la possible nature non monotone de la déformation plastique à une échelle fine, on applique l'analyse de Fourier aux signaux de dérivées de la contrainte et de la déformation obtenus à partir des essais de traction et des mesures d'extensométrie locale. La transformation de Fourier permet de déterminer un spectre des fréquences f du signal $x(t)$ en le décomposant selon la définition suivante de la transformée de Fourier :

$$F(f) = \int_{-\infty}^{+\infty} x(t)e^{-i2\pi ft} dt \quad 2-4$$

Avec une transformation inverse :

$$x(t) = \int_{-\infty}^{+\infty} F(f)e^{i2\pi ft} df \quad 2-5$$

C'est un outil largement utilisé dans le traitement des signaux. En pratique, il s'agit de calculs de séries de Fourier pour un signal mesuré dans un intervalle temporel de longueur T . Dans ce cas, le signal est décomposé en une somme de fonctions sinusoïdales que l'on appelle les harmoniques :

$$x(t) = \sum_{m=-\infty}^{+\infty} c_n e^{i2\pi \frac{m}{T} t} \quad 2-6$$

où les coefficients de Fourier sont définis comme :

$$c_n = \frac{1}{T} \int_{-\infty}^{+\infty} x(t)e^{i2\pi \frac{m}{T} t} dt \quad 2-7$$

Pour analyser une série temporelle discrète x_n ($n=0, \dots, N-1$), obtenue à partir des données expérimentales, on applique la Transformation de Fourier Discrète, basée sur la relation suivante :

$$c_n = \frac{1}{N} \sum_{m=0}^{N-1} x_m e^{-i2\pi \frac{n}{N} m} \quad 2-8$$

où $m = 0, 1, \dots, N-1$.

On obtient ainsi une représentation spectrale discrète du signal échantillonné f_n .

Cependant, l'application de cette définition est souvent trop lente. En effet, un calcul de transformation de Fourier discrète de taille T nécessite T^2 multiplications/additions de nombres complexes. La transformation de Fourier rapide (FFT) se ramène au calcul de deux transformations de Fourier discrètes de taille $T/2$, ce qui réduit considérablement le nombre d'opérations à effectuer : au lieu de faire T^2 opérations, $T \log_2 T$ suffiront [LER07].

Dans le cadre de cette thèse, nous avons utilisé l'algorithme FFT proposé dans le logiciel Matlab.

2.2. Extensométrie locale à haute résolution

Cette technique consiste à enregistrer le déplacement unidimensionnel d'une série de bandes noires et blanche parallèles peintes sur la zone utile de l'éprouvette, perpendiculairement à la direction de traction. Les déformations et vitesses de déformation locales peuvent ensuite être calculées à partir de cette donnée. La Figure 2-4 présente une éprouvette de titane commercialement pur déformée jusqu'à la rupture, sur laquelle une mesure d'extensométrie locale a été réalisée.

2.2.1. Préparation des échantillons

Il convient tout d'abord de nettoyer la surface de l'éprouvette avec de l'acétone afin de faciliter l'adhésion de la peinture au matériau. La zone utile est ensuite recouverte de peinture noire en spray, les têtes étant protégées avec de l'adhésif. Après un temps pause de 30 min, une seconde couche est appliquée afin d'avoir une couleur bien uniforme sur toute la surface, puis après un temps de séchage d'environ 2 h, un pochoir autocollant sous forme de bandes de 1 mm de large et espacées de 1 mm est placé sur la zone peinte. On applique alors un spray de peinture blanche en deux couches espacées de 30 min également. Après un nouveau temps de séchage, le pochoir est retiré et la zone utile est représentée par une succession des bandes noires et blanches.

La peinture est appliquée le même jour que le test afin de minimiser son vieillissement et un possible craquèlement avant la déformation. Une grande attention est portée à la quantité de

peinture appliquée : la qualité de celle-ci est choisie de manière à pouvoir l'appliquer en deux couches de manière à ce qu'elle soit bien couvrante mais toutefois pas trop épaisse pour favoriser l'adhésion à l'échantillon et éviter les coulures. Les temps de séchage ont par ailleurs été choisis de manière empirique [BOUG11].



Figure 2-4. Eprouvette de traction de titane commercialement pur après la rupture. On note qu'il n'y a pas de rotation des bandes peintes.

2.2.2. Principe de la mesure

Une caméra ZS16D avec un système CCD (Charge-Coupled Device) est fixée face à la surface utile de l'échantillon, qui est éclairée par une lumière laser verte (voir Figure 2-5). La lumière est réfléchiée par l'échantillon et captée par la caméra, qui est reliée à un oscilloscope et à un système d'acquisition des données. Le signal lumineux est transformé en signal numérique carré (« signal de seuillage »), où la réponse « 1 » correspond à la réflexion maximale (bandes blanches), et « 0 » à une absence de réflexion (bandes noires). La position de la caméra et de la source lumineuse par rapport à l'échantillon sont réglées de manière à ce que le signal carré (passage de 0 à 1 puis de 1 à 0) soit le plus régulier possible. Les données recueillies par la caméra au cours de l'essai sont transmises à un enregistreur tampon, appelé DataLogger, puis sont rapatriées vers un PC à la fin de l'essai.

La position des transitions entre les marques noires et blanches est enregistrée pendant la déformation de l'échantillon à l'aide de la caméra CCD. Elle possède une résolution temporelle de 1 ms, c'est-à-dire qu'elle balaye l'éprouvette de haut en bas chaque ms et enregistre la position des transitions. Sa résolution spatiale est de 1,3 μm , avec une précision sur les positions enregistrées égale à $\pm 0,65 \mu\text{m}$. L'axe de balayage de la caméra est placé de façon à coïncider avec l'axe de l'éprouvette, au milieu de la largeur de la zone utile, afin notamment d'éviter des erreurs dues à une éventuelle flexion de l'échantillon qui entrainerait une rotation des bandes peintes. Les nombreux essais réalisés ont par la suite montré l'absence de rotation de la zone utile des échantillons (voir Figure 2-4).

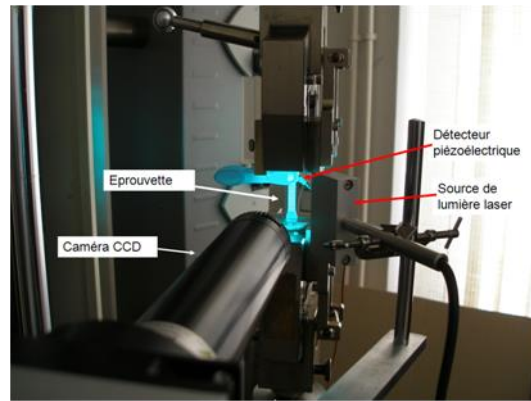


Figure 2-5. Dispositif d'extensométrie locale à haute résolution.

2.2.3. Limitations de la technique

La fréquence de balayage de 1000 Hz de la caméra approche la limite de vitesse de transfert et d'écriture entre la caméra et le DataLogger. Ainsi, une perte (faible) de données est à déplorer, souvent au début de l'enregistrement. Pour parer à ce problème, l'enregistrement par la caméra CCD a été lancé avant le démarrage de certains essais, de sorte que lorsque l'essai démarre, un maximum de données sera collecté. Cela est possible uniquement pour les essais à grande vitesse de déformation dans la mesure où la capacité maximale de stockage du DataLogger est limitée à 10 mn. Lors de long essais de déformation, il est nécessaire de bien choisir le moment pendant lequel on souhaite enregistrer les données locales.

Comme tout signal, les données récupérées par le PC en fin d'essai sont bruitées. Une technique de moyenne glissante est alors employée pour éliminer le bruit de manière plus ou moins forte selon la fréquence des phénomènes locaux à observer.

Enfin, le champ de vision de la caméra est de 20 mm. Puisque nous utilisons des éprouvettes assez longues pour pouvoir combiner différentes techniques de mesure, ce champ de vision ne couvre pas entièrement la zone utile des échantillons (dont les dimensions sont précisées au paragraphe 2.1.2).

2.2.4. Exploitation des données

Les positions des transitions noir-blanc à la surface de l'échantillon mesurées par la caméra CCD chaque milliseconde permettent de calculer les déformations locales le long de l'axe de traction et d'en déduire les valeurs des vitesses de déformation locales correspondantes. Ces

dernières sont utilisées pour construire les cartes de vitesse de déformation qui permettent de visualiser l'évolution de la vitesse de déformation locale en fonction du temps et de la position initiale sur la zone utile.

Afin d'éviter toute erreur d'interprétation qui pourrait être due à la différence de sensibilité de la caméra CCD aux transitions noir-blanc et blanc-noir [MCD09], les extensomètres sont définis comme un couple formé d'une transition noir/blanc et de la transition blanc/noir suivante, comme illustré sur la Figure 2-6.

On note x_i la position de la transition entre deux bandes ; il s'agit de la donnée directement mesurée par la technique d'extensométrie locale. On détermine alors la position l_i des extensomètres unitaires E_i ainsi définis, comme la moyenne des positions x_i et x_{i+1} des transitions qui le constituent (équation 2-9).

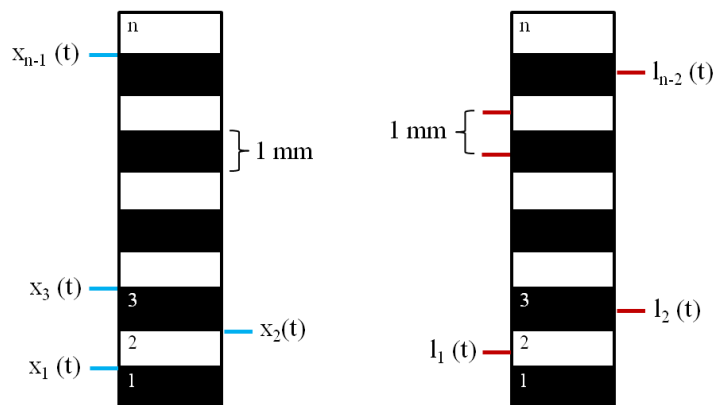


Figure 2-6. Représentation schématique des positions des transitions $x_i(t)$ entre les bandes peintes et des positions $l_i(t)$ des extensomètres unitaires choisis afin de minimiser les erreurs d'interprétation. La largeur des bandes est de 1 mm, tout comme la distance entre les positions $l_i(t)$ et $l_{i+1}(t)$ de deux extensomètres.

$$l_i(t) = \frac{x_{i+1}(t) + x_i(t)}{2} \quad 2-9$$

Les déformations locales sont ensuite calculées à partir des déplacements l_i :

$$\varepsilon_i(t) = \ln \frac{l_{i+1}(t) - l_i(t)}{l_{i+1}(0) - l_i(0)} \quad 2-10$$

Enfin, les déformations locales sont dérivées par rapport au temps pour obtenir les vitesses de déformations locales instantanées $\dot{\epsilon}_l(t)$ qui permettront de construire des cartes d'évolution spatio-temporelle de la vitesse de déformation locale de l'échantillon.

Les différentes étapes énoncées ci-dessus sont représentées sur la Figure 2-7, au travers d'un exemple pour un échantillon d'acier TWIP déformé à $\epsilon_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$. L'évolution des positions $l_i(t)$ de chaque extensomètre dans l'intervalle de temps choisi est présentée sur la Figure 2-7 (a). La courbe bleue qui possède la position la plus basse représente l'extensomètre le plus proche de la tête positionnée dans le mors supérieur (position l_{n-2} sur la Figure 2-6), alors que la courbe jaune qui a la position la plus élevée désigne l'extensomètre le plus proche de la tête serrée dans le mors inférieur mobile (position l_1 sur la Figure 2-6). Les Figure 2-7 (b) et (c) représentent l'évolution des déformations et des vitesses de déformation locales calculées à partir des équations 2-9 et 2-10, respectivement, en fonction du temps pour chaque extensomètre. Les données des vitesses de déformation permettent de construire les cartes spatio-temporelles de la Figure 2-7 (d). Les traces colorées en orangé-rouge représentées sur cette figure témoignent d'une vitesse de déformation locale élevée. On remarque les positions de ces traces sont alignées le long de la zone utile, et ce de manière légèrement décalée dans le temps d'un extensomètre à l'autre. Cette figure atteste donc de la propagation de bandes de déformations au travers de tous les extensomètres. On distingue clairement sur cette figure cinq bandes qui se propagent. Davantage de détails sur l'étude de ces cartes seront donnés dans le chapitre consacré aux aciers TWIP.

Etant donné que la caméra CCD enregistre la position de chaque extensomètre toutes les millisecondes, les données obtenues sont relativement bruitées et il convient d'éliminer une part de bruit pour obtenir une information que l'on peut représenter et interpréter. Pour cela, les valeurs de déformations locales calculées sont lissées par l'application d'une moyenne glissante dont on peut ajuster le coefficient de lissage, c'est-à-dire le nombre de valeurs considérées pour réaliser la moyenne. Plus ce nombre est élevé, plus les fluctuations autour d'une valeur seront adoucies. Par ailleurs, étant donné que la caméra a un champ de vision (1D) limité, plus petit que la longueur utile des échantillons, on ne peut pas visualiser la position de tous les extensomètres pendant toute la durée de l'essai, en particulier aux grandes vitesses de déformation. En effet, étant donné que l'échantillon se déforme, des transitions noir/blanc entrent dans le champ de vision de la caméra alors que d'autres en sortent. Par conséquent, il est nécessaire de faire un choix judicieux au cas par cas du nombre

d'extensomètres et de la période de temps que l'on souhaite visualiser pour avoir une bonne description spatio-temporelle des phénomènes à observer.

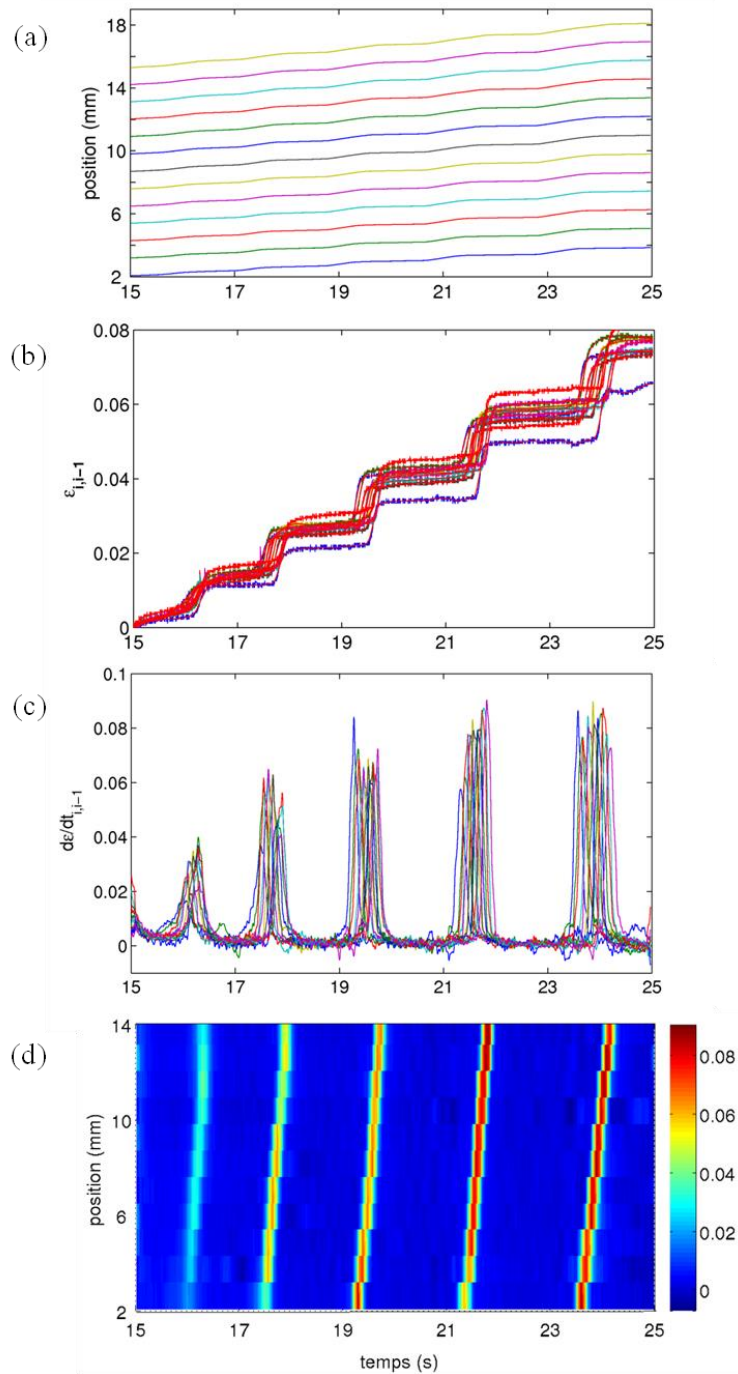


Figure 2-7. Construction des cartes spatio-temporelles de vitesses de déformation locale (d) à partir des positions des extensomètres (a), qui permettent de calculer les déformations locales (b) puis les vitesses de déformation locales (c) ; exemple pour un acier Fe22Mn0,6C déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

2.3. Emission acoustique

2.3.1. Protocole expérimental

Des mesures d'émission acoustique ont pu être réalisées pendant les essais de traction, en même temps que les mesures d'extensométrie locale à haute résolution, comme le montre le schéma du dispositif global représenté sur la Figure 2-8.

Deux types de dispositifs d'émission acoustique ont été utilisés : Physical Acoustics LOCAN 320 et Euro Physical Acoustics system. Ce dernier, plus récent est équipé d'un dispositif permettant l'enregistrement des données en continu (« data streaming »). Deux types de capteurs piézoélectriques avec différentes bandes passantes ont été utilisés : selon les cas, elle est comprise entre 100 et 600 kHz ou entre 200 et 900 kHz. Ces deux types de capteurs donnent les mêmes résultats pour les distributions statistiques de l'EA.

Le(s) capteur(s) est (sont) fixé(s) à l'aide d'une pince en bordure de la zone utile de l'éprouvette, à proximité de la tête. L'utilisation de deux capteurs permet d'en placer un de part et d'autre de la zone utile et d'avoir ainsi deux signaux, qui peuvent apporter une information sur la localisation linéaire des positions des sources d'événements acoustiques. Une petite couche de graisse entre l'échantillon et le capteur permet d'assurer le contact acoustique. Lorsque l'échantillon subit une transformation soudaine, localisée et irréversible (avalanches de dislocations, transformation de phase, fissuration, etc.), la surface du capteur piézoélectrique se déforme en raison du passage des ondes de contrainte qui traversent le matériau. Le signal d'émission acoustique provenant de l'échantillon est alors converti par les capteurs piézoélectriques en une tension électrique qui va être amplifiée par les pré-amplificateurs qui possèdent un gain de 40 dB. Les systèmes d'acquisition possèdent une fréquence d'échantillonnage allant de 1 MHz à 4 MHz et numérisent les données qui sont ensuite stockées sur un PC. Le système permet l'enregistrement d'événements acoustiques dont l'amplitude est supérieure à un seuil fixé par l'expérimentateur. Ce seuil est généralement déterminé par rapport au niveau de bruit de fond de la salle d'essai ; l'amplitude seuil A_s est fixée à 27 dB dans nos essais. Afin de pouvoir obtenir les différentes caractéristiques des événements, à savoir leur amplitude maximale A , leur durée τ et l'énergie dégagée E , il est nécessaire de fixer deux constantes de temps indispensables à l'identification et l'individualisation des événements acoustiques. Il s'agit de :

- HDT (« Hit Definition Time ») qui permet de déterminer le temps de fin t_e d'un événement acoustique. Lorsqu'un événement acoustique est détecté, c'est-à-dire lorsque l'amplitude seuil A_s est dépassée, l'enregistrement démarre (t_0) jusqu'à atteindre le temps t_e à partir duquel l'amplitude du signal reste constamment inférieure à A_s . L'événement est considéré comme terminé si l'amplitude du signal reste constamment inférieure à A_s pendant le temps défini pour HDT.
- HLT (Hit Lockout Time), constante de temps qui intervient à la fin du temps HDT. Cette période prolonge le temps d'arrêt de l'acquisition et permet d'éviter l'enregistrement d'échos de l'événement précédent résultant de la réflexion d'ondes acoustiques, inappropriées pour la statistique.

Le choix des constantes HDT et HLT est donc d'une grande importance et est déterminé expérimentalement selon les dimensions de l'échantillon et le matériau étudié. Davantage de détails concernant l'influence de ces paramètres sont disponibles dans plusieurs thèses [RIC06b, BOUG11, SHA12a]. Lors de la déformation de l'acier TWIP les mesures d'émission acoustique ont été réalisées avec des valeurs égales de HDT et HLT : 300 μ s. Les mesures d'émission acoustique débutées pour le titane commercialement pur n'ont en revanche pas été suffisamment abouties pour présenter des résultats pertinents dans cette thèse.

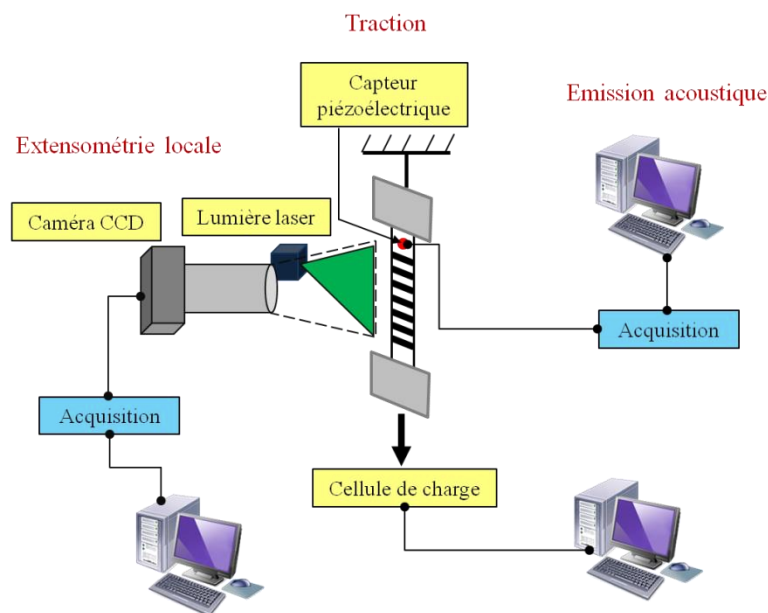


Figure 2-8. Dispositif expérimental d'émission acoustique et d'extensométrie locale à haute résolution.

2.3.2. Post-traitement des données d'émission acoustique

Comme l'ont suggéré les auteurs de [WEI01], le carré de l'amplitude A^2 d'un événement acoustique reflète l'énergie E dissipée lors de cet événement et est donc une mesure physique du processus plastique qui le produit. On fait ici le choix de considérer la statistique des A^2 plutôt que des énergies E détectées par le système d'enregistrement; cela permet notamment de contourner le problème de synchronisation des événements, observé lors d'études sur l'effet PLC dans des alliages d'AlMg [BOUG10, LEBY12a, SHA12c]. Cela fait référence à la difficulté rencontrée pour séparer des événements successifs très proches en termes d'énergie dissipée, ce qui peut ainsi fausser la statistique résultante.

On considère donc les événements acoustiques dont l'amplitude dépasse le seuil de 27 dB, dans le temps imparti par les critères HDT et HLT. On peut estimer la densité de probabilité $P(A^2)$ en choisissant des intervalles δA^2 réguliers, d'après la relation suivante :

$$P(A^2) = \frac{1}{\delta A^2} \frac{\delta N(A^2)}{N} \quad 2-11$$

où : δA^2 est la largeur de l'intervalle d'amplitudes au carré considéré
N est le nombre total d'événements dans l'échantillon statistique
 $\delta N(A^2)$ est le nombre d'événements dont l'amplitude au carré se situe dans l'intervalle δA^2 considéré

Les densités de probabilités $P(A^2)$ sont ensuite représentées en fonction de A^2 , généralement dans des diagrammes en doubles coordonnées logarithmique, notamment lorsque la distribution peut être approchée par une loi puissance du type :

$$P(X) = X^{-\alpha} \quad 2-12$$

On choisira, dans la présentation de ces résultats, de représenter des valeurs de densité de probabilités rapportées à la largeur de l'intervalle considéré (qui peuvent donc être supérieures à 1). Les valeurs des amplitudes au carré présentées en abscisse seront quant à elles normalisées par la moyenne sur l'ensemble des événements.

L'exposant α qui représente la pente de la loi puissance, et l'erreur sur sa détermination, sont calculés par la méthode des moindres carrés.

Par ailleurs, une récente méthode générale [CLA09], basée sur la technique de Monte-Carlo, a été proposée pour évaluer la proximité de la statistique expérimentale avec une loi puissance. L'application de cette méthode à nos résultats a montré que l'évaluation de l'exposant et de son incertitude donne des résultats similaires à la méthode usuelle des moindres carrés.

Pour prendre en compte dans la statistique l'occurrence rare de grands événements, une méthode d'intervalles variables est utilisée. Pour cela, on détermine un nombre minimum d'événements par intervalle – cinq dans notre étude. Lorsqu'un intervalle de taille initiale contient un nombre d'événements inférieur au nombre minimum requis, il est fusionné avec un intervalle adjacent, et ce, jusqu'à ce que chaque intervalle existant contienne le minimum d'événements requis.

2.4. Analyses de la microstructure

Les aciers TWIP ne feront pas l'objet d'une étude microstructurale dans cette étude dans la mesure où cela a largement été réalisé par d'autres auteurs auparavant [ASG97, ALL04, BARB09a, IDR10a], d'autant plus que les échantillons d'acier TWIP Fe22Mn0,6C étudiés dans cette thèse ont été découpés dans une tôle possédant les mêmes caractéristiques microstructurales que celle utilisée dans [ALL04]. L'originalité de l'étude des aciers TWIP dans cette thèse réside plutôt dans l'analyse à l'échelle mésoscopique des cartes de vitesse de déformation. Seule la microstructure du titane commercialement pur a donc été étudiée.

2.4.1. Préparation des échantillons de titane

Le matériau étudié dans cette thèse est un titane commercialement pur (T40) à la structure cristallographique hexagonale (titane- α) qui a la composition donnée par le Tableau 2-1 :

| Elements | H | C | N | O | Fe | Ti |
|----------------------------|---|----|----|------|-----|---------|
| Composition ppm (massique) | 3 | 52 | 41 | 1062 | 237 | Balance |

Tableau 2-1. Composition chimique du Titane commercialement pur.

Il se présente sous la forme d'une tôle laminée à la microstructure polycristalline totalement recristallisée après recuit (Figure 2-9), d'une taille de grain d'environ 9 μm .

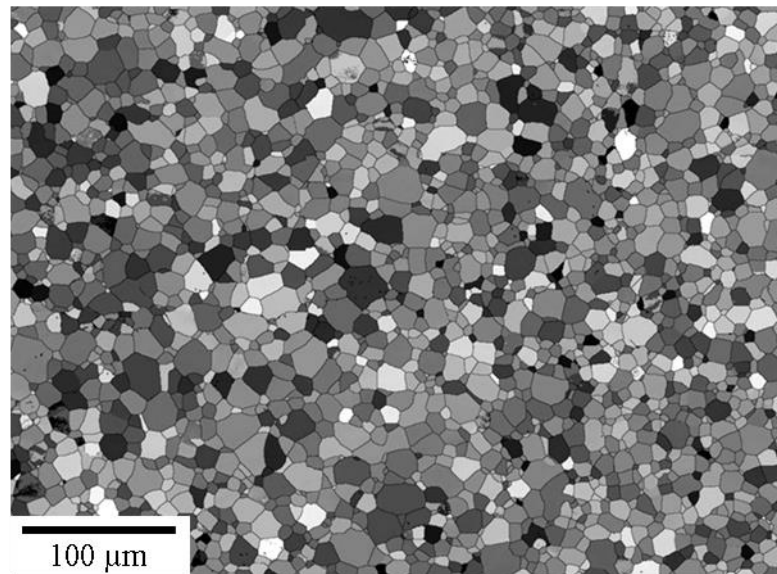


Figure 2-9. Micrographie de la microstructure initiale de la tôle de titane commercialement pur.

Plusieurs campagnes d'analyses ont été réalisées. La première concerne la tôle non déformée. Des échantillons de celle-ci ont été découpés à la tronçonneuse à métaux, polis selon le protocole décrit dans le Tableau 2-2 et analysés en EBSD afin de connaître l'orientation des grains et la texture initiale du matériau. Comme le montre la Figure 2-10, la texture du matériau est typique du titane commercialement pur après laminage [WAN03], c'est-à-dire avec l'axe $\langle c \rangle$ désorienté d'environ 30° par rapport à la direction normale de la tôle, vers la direction transverse.

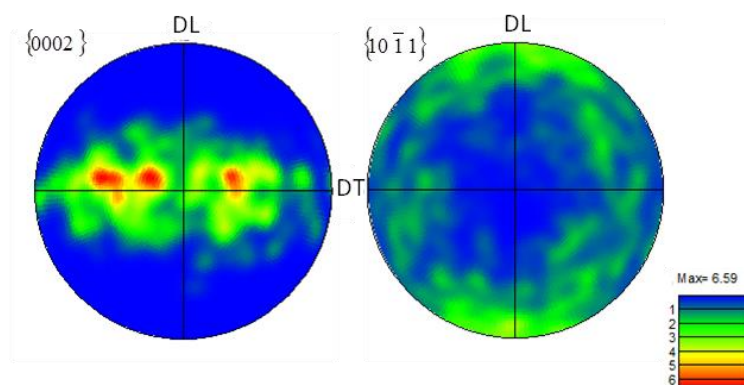


Figure 2-10. Texture initiale du titane commercialement pur étudié

La seconde campagne concerne l'analyse d'échantillons déformés en traction jusqu'à la striction, voire jusqu'à la rupture. Après l'essai, les échantillons sont prélevés dans la zone utile de l'éprouvette, également à l'aide de la tronçonneuse à métaux. Enfin, la dernière campagne d'analyses est relative à l'étude des lignes de glissement. Les éprouvettes de traction entières ont été polies (voir Tableau 2-2) avant d'être déformées. Elles ont ensuite été déformées à en traction jusqu'à un faible niveau de déformation (davantage de détails dans le chapitre consacré au titane), puis analysées en imagerie et en EBSD ; les essais de traction ont ensuite été repris jusqu'à la striction et de nouvelles analyses de la microstructure ont été réalisées.

| | Dimensions de la zone polie | Polissage mécanique | Polissage électrolytique | | |
|---------------------------------------------------------------------|-----------------------------------|-------------------------|-----------------------------------------------------------|----------------|--------------|
| | | | <i>Solution</i> | <i>Voltage</i> | <i>Temps</i> |
| <i>Campagne 1 :</i> Tôle non déformée | 1 cm ² | Jusqu'à 1 μm | 80 % méthanol 20 % acide perchlorique à 5 ° C | 30 V | 15 s |
| <i>Campagne 2 :</i> Echantillons découpés après déformation | | | | | |
| <i>Campagne 3 :</i> Eprouvettes de traction avant déformation | 7 cm ² (zone utile) | Jusqu'au papier 4000 | | 25 V | 30 s |

Tableau 2-2. Protocole expérimental de polissage pour la préparation des différents échantillons analysés en microscopie électronique.

2.4.2. Analyses EBSD

La technique de diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron Back Scattered Diffraction pour EBSD) en microscopie électronique à balayage (MEB) est utilisée dans cette étude pour analyser l'orientation des grains du polycristal et caractériser par la même occasion la microstructure du matériau, avant et après déformation. L'analyse des clichés de Kikuchi obtenus par la diffraction des électrons rétrodiffusés permet de mesurer la désorientation cristallographique angulaire entre deux points.

L'analyse EBSD est réalisée pour les trois campagnes d'essais sur le titane commercialement pur, sur un microscope électronique à balayage JEOL JSM-6490 SEM. Ce MEB a été choisi parce qu'il possède une chambre suffisamment grande pour permettre la rotation de la platine en configuration EBSD (70°) compte-tenu des grandes dimensions de nos éprouvettes de traction (111 mm de longueur et 16 mm de largeur totales) lors de la troisième campagne d'analyses. Il est équipé d'une caméra EBSD et du système d'acquisition AZtec © développé par Oxford Instruments ; les cartes d'orientation sont acquises à différents grossissements et avec différents pas d'indexation qui seront détaillés au cas par cas dans les chapitres suivants. Les cartes sont ensuite post-traitées avec le logiciel Channel 5 © d'Oxford Instruments.

L'orientation d'un grain est donnée par les angles d'Euler $\varphi_1, \phi, \varphi_2$ définis d'après la notation de Bunge [BUN82]. Ils permettent de passer du repère global de l'échantillon au repère du cristal par des rotations anti-horaires. Ces données sont utiles pour le calcul des facteurs de Schmid et la détermination des systèmes de glissement activés. La connaissance des orientations sera également utile pour construire et identifier la texture du matériau au travers de figures de pôles. À partir de cette information, le logiciel EBSD AZtec © reconstruit des cartes d'orientation sur lesquelles seront identifiés les grains, d'après le critère de désorientation de 5° choisi pour séparer deux grains et donc définir un joint de grains. De la même façon, il est possible d'identifier les joints de macles à partir des angles de désorientation qui sont spécifiques pour chaque type de macle (voir Figure 1-12) ; pour cela, une tolérance de 5° sur l'angle de désorientation comme sur l'axe de rotation est considérée. La fraction volumique des macles est estimée par la méthode des interceptes qui consiste en plusieurs étapes :

- une série de lignes parallèles régulièrement espacées est superposée sur la micrographie, parallèlement à la direction de traction.
- la longueur des segments de macles interceptant une ligne est mesurée pour chaque ligne.
- la somme de ces longueurs de segments est divisée par la longueur sommée de toutes les lignes.

Cette méthode permet d'obtenir une fraction linéaire de macles qui est généralement admise comme étant une bonne estimation de leur fraction volumique (voir [SAL03]).

2.4.3. Imagerie pour l'analyse des traces de glissement

L'analyse des traces de glissement entreprise dans cette étude nécessite de réaliser des images des grains déformés dans lesquels les lignes de glissement sont bien visibles d'une part, et d'autre part de connaître l'orientation de chaque grain.

Afin d'avoir une image de bonne résolution, les échantillons polis avant déformation puis déformés sont analysés au MEB à canon à émission de champ (Field Emission Gun pour FEG) Zeiss SUPRA 40. Une marque de laque d'argent est déposée à la surface de l'échantillon de manière à repérer une zone sans induire de contraintes locales dans le matériau. Les images sont ensuite prises à proximité de cette marque de manière à pouvoir retrouver exactement les mêmes zones lors de l'analyse EBSD. Une attention particulière est accordée à l'alignement de l'échantillon, de manière à ce que sa direction de traction soit parallèle à la direction **X** du repère du microscope, afin de minimiser l'erreur sur la mesure des angles à partir des photographies et l'erreur sur le calcul des angles d'Euler.

Les cartes EBSD seront par la suite réalisées de manière à ce que les grains analysés correspondent à ceux photographiés, tout en prenant soin à nouveau, à l'alignement de l'échantillon dans la chambre du microscope.

2.4.4. Analyse des traces de glissement

L'analyse des traces de glissement menée ici est une analyse statistique réalisée pour chaque échantillon sur une centaine de grains au minimum. Cela nécessite l'analyse de 10 à 15 photographies comprenant entre 10 et 20 grains dans lesquels les lignes de glissement sont suffisamment bien résolues, et donc autant de données EBSD.

Les angles d'Euler donnés par l'analyse EBSD permettent alors de déterminer l'angle α que va faire la trace d'un plan de glissement activé dans un grain, avec l'horizontale de la surface de l'échantillon (repérée par l'axe **x** du repère de l'échantillon de la Figure 2-11). La Figure 2-11 représente un système de glissement activé dans un grain, dont le plan vient couper la surface de l'échantillon et fait apparaître la ligne de glissement **L**.

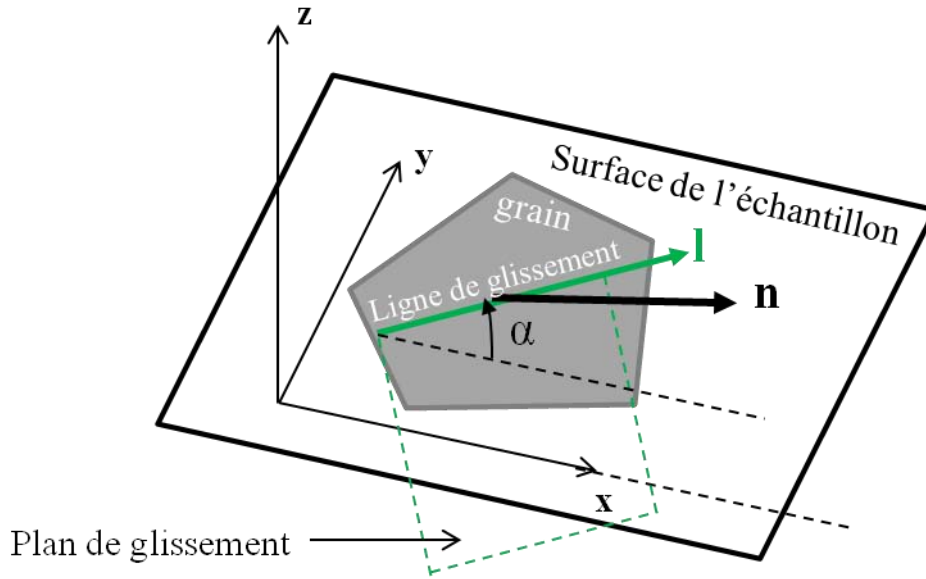


Figure 2-11. Représentation d'une ligne de glissement à la surface d'un échantillon. Le repère (xyz) est le repère de l'échantillon.

Etant donné que \mathbf{n} , la normale au plan de glissement dans le repère de l'échantillon, est normale au plan qui porte la ligne de glissement \mathbf{l} , on peut écrire (dans le mesure où $l_z = 0$):

$$n_x \cdot l_x + n_y \cdot l_y = 0 \rightarrow \frac{l_y}{l_x} = -\frac{n_x}{n_y} \quad 2-13$$

Ainsi l'angle α mesuré sur la photographie obtenue en microscopie électronique à balayage (voir Figure 2-12) comme

$$\tan \alpha = \left(\frac{l_y}{l_x} \right) \quad 2-14$$

peut aussi être calculé théoriquement à partir des angles d'Euler du grain tel que :

$$\alpha = \arctan \left(-\frac{n_x}{n_y} \right) \quad 2-15$$

Pour chaque grain, l'angle α mesuré est alors comparé aux valeurs théoriques calculées pour les 30 systèmes de glissement de la structure hexagonale (voir Figure 1-11). Par contre, cette

méthode ne permet pas d'obtenir d'information sur la direction du glissement \mathbf{m} (observations MET nécessaires pour identifier les vecteurs de Burgers des dislocations).

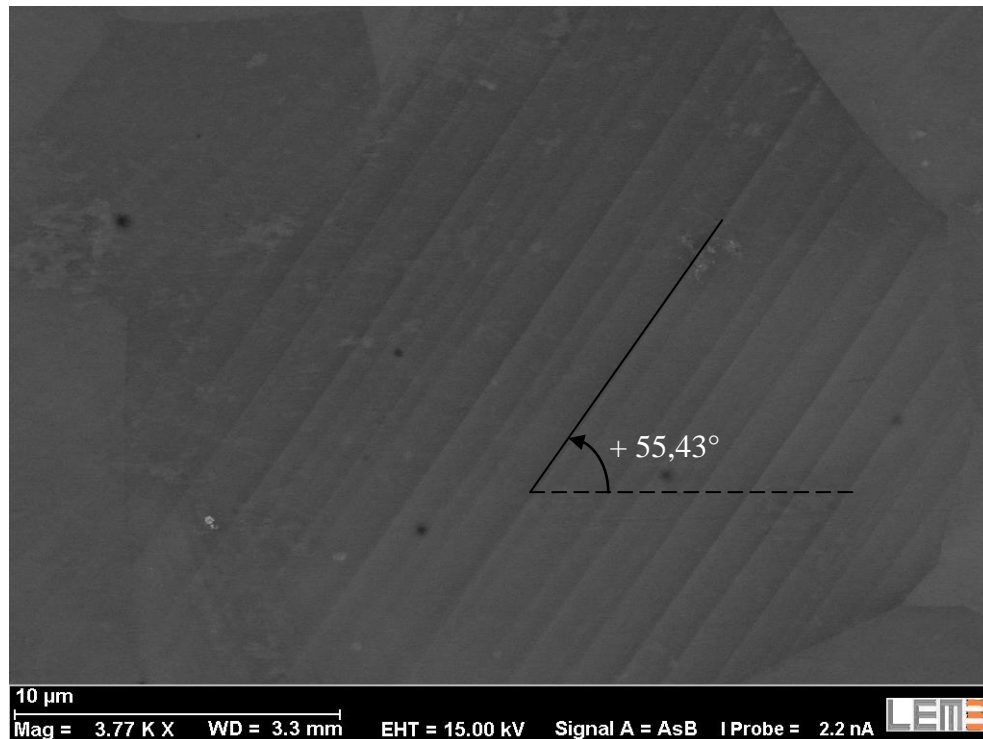


Figure 2-12. Image en électrons rétro-diffusés d'un grain à un grandissement $\times 3770$, une distance de travail de 3,3 mm et une tension d'accélération de 15 kV ; mesure de l'angle entre la ligne de glissement et l'horizontale.

Les angles sont mesurés à l'aide du logiciel Gimp © qui offre une précision au centième près. Leur signe est défini selon le sens trigonométrique. Le système de glissement activé est déterminé selon la concordance de l'angle mesuré et des angles calculés. Une erreur de 5° entre la valeur mesurée et la valeur calculée est tolérée, puisque plusieurs sources d'erreurs sont possibles. La première source d'erreur concerne l'alignement de la direction de traction de l'échantillon avec la direction \mathbf{X} du repère du microscope. Malgré les précautions prises, on peut estimer qu'une erreur de 1° soit possible. Une seconde source d'erreur peut provenir de l'indexation, c'est-à-dire la précision de l'évaluation des angles d'Euler, qui est directement reliée aux conditions de préparation de l'échantillon.

La dernière source d'erreur réside dans la mesure de l'angle sur Gimp, compte-tenu de la résolution des lignes de glissement. Dans la considération de cette erreur cumulée de 5° ,

plusieurs systèmes affichent une valeur de leur angle admissible et il est parfois difficile de déterminer lequel est activé sur la seule base de ces mesures.

2.5. Nomenclature des échantillons et des conditions expérimentales de chaque essai

2.5.1. Aciers TWIP

Les caractéristiques des échantillons déformés sont répertoriées dans le Tableau 2-3 ; tous les échantillons sont déformés jusqu'à la rupture.

| <i>Dimensions</i> | <i>Nom</i> | <i>Vitesse de déformation</i> | <i>Temps d'acquisition (ms)</i> |
|------------------------------------------|------------|-----------------------------------------------------|---------------------------------|
| L = 75 mm l = 5,36 mm e = 0,6 mm | TWIP-A1 | 0,1 mm/min | 100 |
| | TWIP-A2 | $2,2 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | 100 |
| | TWIP-A3 | 2,5 mm/min $5,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 4 |
| | TWIP-A4 | 36 mm/min $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 4 |
| L = 60 mm l = 12,56 mm e = 1,25 mm | TWIP-B1 | 0,075 mm/min $2,1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | 100 |
| | TWIP-B2 | | 100 |
| | TWIP-B3 | | 100 |
| | TWIP-B4 | 0,36 mm/min $1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 100 |
| | TWIP-B5 | | 100 |
| | TWIP-B6 | | 100 |
| | TWIP-B7 | 2 mm/min $5,6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 4 |
| | TWIP-B8 | 8 mm/min $2,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 4 |
| | TWIP-B9 | 90 mm/min $2,5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$ | 4 |

Tableau 2-3. Nomenclature des échantillons d'aciers FeMnC TWIP déformés en traction, à température ambiante.

2.5.2. Titane commercialement pur

Les éprouvettes de titane répertoriées dans le Tableau 2-4 ont toutes les mêmes dimensions : $L = 30$ mm, $l = 7 \pm 0,02$ mm et $e = 1,62$ mm. Il faut noter que les éprouvettes qui ont subi des essais de traction interrompus (marquées I dans le tableau), ont été polies avant d'être déformées

| <i>Orientation</i> | <i>Nom</i> | <i>Vitesse de déformation</i> | <i>Temps d'acquisition (ms)</i> | <i>Arrêt de l'essai</i> |
|--------------------|------------|--------------------------------------------------|---------------------------------|-------------------------|
| TD | Ti_01 | 14,4 mm/min $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 4 | R |
| | Ti_04 | | 8 | R |
| | Ti_07 | | 4 | R |
| | Ti_11 | | 4 | I ⁽¹⁾ |
| | Ti_02 | 3,6 mm/min $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 8 | R |
| | Ti_05 | | 8 | R |
| | Ti_03 | 0,9 mm/min $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 20 | R |
| | Ti_06 | | 8 | S ⁽²⁾ |
| | Ti_08 | | 2 | R |
| | Ti_10 | | 4 | I ⁽³⁾ |
| | Ti_09 | 0,09 mm/min $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | 2 | R |
| RD | Ti_13 | 14,4 mm/min $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 4 | R |
| | Ti_17 | | 8 | R |
| | Ti_19 | | 4 | R |
| | Ti_23 | | 4 | I ⁽⁴⁾ |
| | Ti_14 | 3,6 mm/min $2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 8 | R |
| | Ti_16 | | 8 | R |
| | Ti_15 | 0,9 mm/min $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 20 | R |
| | Ti_18 | | 8 | S ⁽⁵⁾ |
| | Ti_20 | | 2 | R |
| | Ti_22 | | 4 | I ⁽⁶⁾ |
| | Ti_21 | 0,09 mm/min $5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | 2 | R |

Déformation atteinte en fin d'essai : ⁽¹⁾ 0,027 - ⁽²⁾ 0,18 - ⁽³⁾ 0,043 - ⁽⁴⁾ 0,011 - ⁽⁵⁾ 0,18 - ⁽⁶⁾ 0,023

Tableau 2-4. Nomenclature des échantillons de titane commercialement pur déformés en traction, à température ambiante. Les lettres R et S désignent respectivement un essai arrêté à la rupture, un essai arrêté après la striction. La lettre I fait référence à un essai interrompu au début de la déformation. Les exposants à côté des lettres S et I renvoient aux déformations en fin d'essai indiquées en-dessous du tableau.

3. Etude multi-échelles de la déformation plastique des aciers TWIP

Dans ce chapitre, nous nous intéressons au comportement mécanique des aciers austénitiques Fe22Mn0,6C présentant l'effet TWIP. Comme cela a été décrit au chapitre 1, ces matériaux présentent des propriétés mécaniques assez exceptionnelles, à savoir une grande résistance mécanique combinée à une grande ductilité. Ces caractéristiques sont attribuées à l'effet TWIP (TWinning Induced Plasticity) qui résulte de la combinaison d'un intense glissement des dislocations et de la présence de fines et nombreuses macles dans la microstructure austénitique.

Cependant, l'effet TWIP est accompagné, dans un domaine de température (voir Figure 1-15) incluant la température ambiante, d'une instabilité plastique se manifestant par des chutes de la contrainte macroscopique sur les courbes de déformation de ces aciers. Assez peu de données sont disponibles dans la littérature pour caractériser les mécanismes responsables des instabilités, une majorité des publications sur les aciers TWIP traitant plutôt du rôle du maillage ou de l'influence de différents éléments d'alliage permettant d'améliorer encore davantage les propriétés mécaniques du matériau. Toutefois, plusieurs auteurs s'accordent pour attribuer cette instabilité plastique à l'effet Portevin Le Chatelier (PLC) [REN10, DEC12, LEE11]. En effet, les fluctuations de contraintes observées dans les aciers TWIP sont similaires à celles du type A de l'effet PLC, c'est-à-dire que les chutes de contrainte sont irrégulières et d'amplitude relativement faible. De plus, la contrainte d'écoulement de ces aciers affiche également une sensibilité négative à la vitesse de déformation appliquée, comme c'est le cas pour les matériaux présentant l'effet PLC. Néanmoins, on a pu voir dans le chapitre bibliographique que malgré ces arguments en faveur de l'effet PLC, plusieurs différences sont notables entre les caractéristiques de l'instabilité plastique dans les aciers TWIP et celles relatives à l'effet PLC. De plus, le mécanisme de vieillissement dynamique à l'origine de l'effet PLC ne permet pas d'expliquer le fort taux d'écrouissage de ces aciers.

La question du mécanisme de déformation, notamment responsable de l'instabilité plastique, reste donc ouverte, et l'un des objectifs de ce chapitre est d'apporter de nouveaux éléments permettant d'y répondre. Une récente étude de la déformation de monocristaux de cuivre [FRES09] a montré que les processus de déformation plastique peuvent se manifester différemment selon l'échelle de déformation. Afin de relier les différentes visions que l'on

peut avoir de la plasticité selon l'échelle d'observation, nous appliquons ici les techniques d'émission acoustique et d'extensométrie locale à haute résolution, simultanément avec les conventionnels essais de traction. Cela nous permettra d'avoir une vision multi-échelles de la déformation du matériau considéré. Il faut souligner que la technique d'émission acoustique n'a que peu été utilisée jusqu'à présent pour l'étude de la déformation plastique des aciers FeMnC TWIP et les méthodes d'extensométrie locale n'ont été utilisées que pour caractériser le comportement de ces aciers pendant l'écoulement saccadé [LEBE09, BOUA11].

On se propose ici d'étudier la déformation des aciers TWIP avant et après la déformation critique pour le début de l'instabilité plastique en comparant l'évolution temporelle de la déformation locale avec l'évolution du signal global de la contrainte pendant l'essai de traction. Des mesures d'émission acoustique viendront compléter ces premiers résultats. De manière plus générale, le rôle du glissement des dislocations et du maclage dans le comportement global des aciers FeMnC présentant l'effet TWIP sera discuté.

La première partie de ce chapitre sera consacrée à la description des caractéristiques des bandes de déformation qui émergent lors de l'écoulement saccadé des aciers TWIP. L'apparition de l'instabilité plastique et la détermination de la déformation critique feront l'objet de la deuxième partie. Enfin la troisième partie sera dédiée au comportement à une échelle spatio-temporelle plus fine qui permettra de caractériser le comportement ondulatoire et intermittent de la déformation.

3.1. Caractéristiques des bandes de déformation

De précédentes études [LEBE09, CHA10] d'extensométrie locale sur le même matériau ont permis de mettre en lumière quelques caractéristiques propres aux bandes de déformation de ces aciers TWIP. La Figure 3-1 met en parallèle une partie de la courbe de déformation (Figure 3-1 a)) de l'échantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$, les données de déplacement obtenues par la caméra CCD (Figure 3-1 (b)), ainsi que les déformations des extensomètres locaux obtenues à l'aide de la relation 2-8 (Figure 3-1 (c)). Les fluctuations de contrainte observées sur la courbe de traction sont typiques des aciers TWIP : de brefs sauts de contrainte ont lieu et sont espacés régulièrement par une période où la contrainte d'écoulement continue à croître mais de manière relativement linéaire. L'analyse de ce type de représentation conduit à deux premières observations :

- une fluctuation de contrainte macroscopique est associée à l'accélération de tous les déplacements enregistrés dans les extensomètres par la caméra CCD ; cette accélération apparaît retardée dans le temps entre les extensomètres selon leur position sur la zone utile.
- des sauts de déformation locale en découlent pour chacun des extensomètres (Figure 3-1 (c)) ; ils sont approximativement de même amplitude mais là encore retardés dans le temps entre chaque extensomètre.

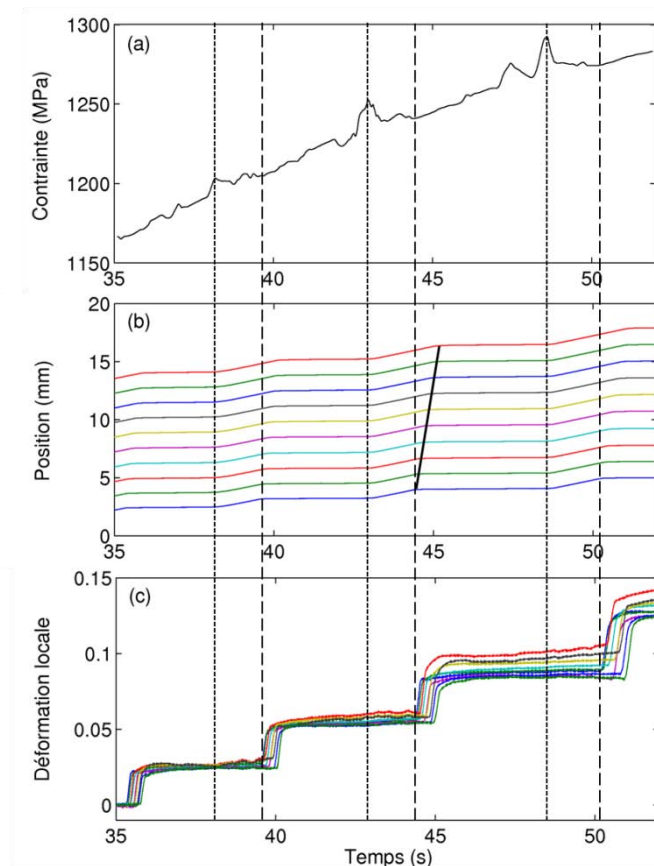


Figure 3-1. Résultats de l'extensométrie locale à haute résolution pour l'échantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$. (a) contrainte nominale en fonction du temps; (b) position des transitions le long de la longueur utile en fonction du temps ; la courbe la plus haute donne la position de l'extensomètre le plus proche du mors inférieur mobile. (c) évolution de la déformation locale correspondante (calculée à partir des valeurs de (b)). Les lignes verticales en pointillés indiquent les instants auxquels une bande de déformation est nucléée. Les lignes en tirets désignent les instants pour lesquels la bande quitte le premier extensomètre local. La ligne en trait plein gras inclinée à ≈ 44 s marque le bord d'un plateau, où la bande de déformation quitte les sections respectives (d'après [LEBE09]).

En conséquence, le retard entre l'accélération initiale des déplacements et les sauts de déformation suggère qu'une bande de déformation localisée se déplace depuis la partie

supérieure de l'échantillon, à travers l'ensemble des extensomètres. D'après ces observations, la nucléation de la bande a lieu lors du saut de contrainte et sa propagation pendant l'intervalle relativement homogène entre deux fluctuations macroscopiques. De plus, la phénoménologie des sauts de déformation (Figure 3-1 (c)) et leur évolution en fonction du temps donnent à penser que la nucléation d'une bande de déformation a lieu presque immédiatement après que la précédente bande a fini sa propagation [LEBE09]. Cela implique donc que la déformation est principalement accommodée par la propagation répétitive des bandes de déformation le long de l'axe de traction.

On présente sur la Figure 3-2 une partie de la courbe de traction de l'échantillon TWIP-A4 ainsi que la représentation spatio-temporelle associée de la vitesse de déformation locale. Comme on l'a vu précédemment, à chaque saut de contrainte présenté sur la Figure 3-2 (a) est associée la nucléation d'une bande de déformation à proximité de l'une des extrémités de l'échantillon. La bande de déformation se propage alors le long de la longueur utile jusqu'à ce qu'elle entre dans le champ de vision de la caméra CCD. Sur la Figure 3-2 (b), cela se manifeste par une tâche de couleur chaude visible à hauteur de l'extensomètre ayant la position la plus basse de 2 mm (qui correspond à l'extensomètre le plus proche de la tête de l'éprouvette située dans le mors fixe supérieur lors de l'essai de traction – voir chapitre expérimental). La couleur à l'intérieur de la bande fait référence à la valeur de la vitesse de déformation locale donnée par la légende. Cette bande se propage alors à l'extensomètre adjacent et ainsi de suite, jusqu'à sortir du champ de vision de la caméra CCD (position : 12 mm environ). On remarque que la propagation de la bande au travers de l'ensemble des extensomètres est continue, l'aspect discret à première vue étant imposé par la définition des extensomètres unitaires qui ont une largeur de 1 mm.

On peut voir que la propagation d'une bande de déformation est associée à des intervalles relativement lisses de l'évolution de la contrainte macroscopique sur la courbe de déformation. Cela témoigne bien du fait que la propagation de la bande nécessite une contrainte plus faible que sa nucléation.

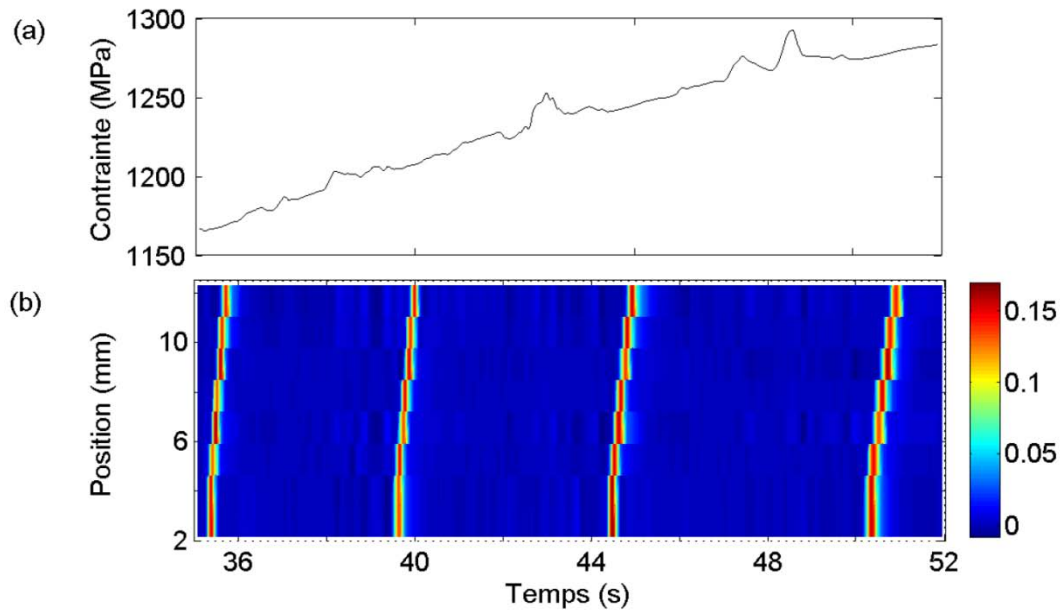


Figure 3-2. *Echantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$. (a) contrainte nominale en fonction du temps ; (b) évolution spatio-temporelle de la vitesse de déformation à l'intérieur des extensomètres disposés le long de la zone utile. La barre colorée sur la droite de la carte donne les valeurs de vitesse de déformation locale $\dot{\epsilon}_b (s^{-1})$.*

Ce type de représentation donne par ailleurs une information sur la cinématique des bandes de déformation. La vitesse de propagation des bandes peut en effet être déterminée en considérant leur inclinaison relative dans le diagramme espace-temps (Figure 3-2 (b)). Lebedkina et al. ont ainsi montré [LEBE09] à travers l'analyse détaillée des courbes de déformation locale dans plusieurs extensomètres au cours du temps, que la vitesse vraie de propagation des bandes diminuait au cours de l'essai. On retrouve cette caractéristique sur la Figure 3-2 (b) au travers de l'inclinaison plus prononcée des traces au cours du temps qui indique que la vitesse des bandes de déformation décroît progressivement.

Par ailleurs, on peut remarquer que la vitesse de déformation à l'intérieur des bandes augmente au cours de l'essai : les couleurs orangé-rouge à l'intérieur des bandes s'intensifient au fur et à mesure que la déformation augmente et atteignent une valeur maximale de vitesse de déformation $\dot{\epsilon}_b$ proche de $0,15 s^{-1}$. Cette valeur est supérieure de plus de deux ordres de grandeur à la vitesse de déformation appliquée $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$, comme cela a été observé précédemment [LEBE09, CHA10].

On retrouve les mêmes caractéristiques des bandes de déformation pour des échantillons déformés à d'autres vitesses de déformation appliquées, comme le montre la Figure 3-3.

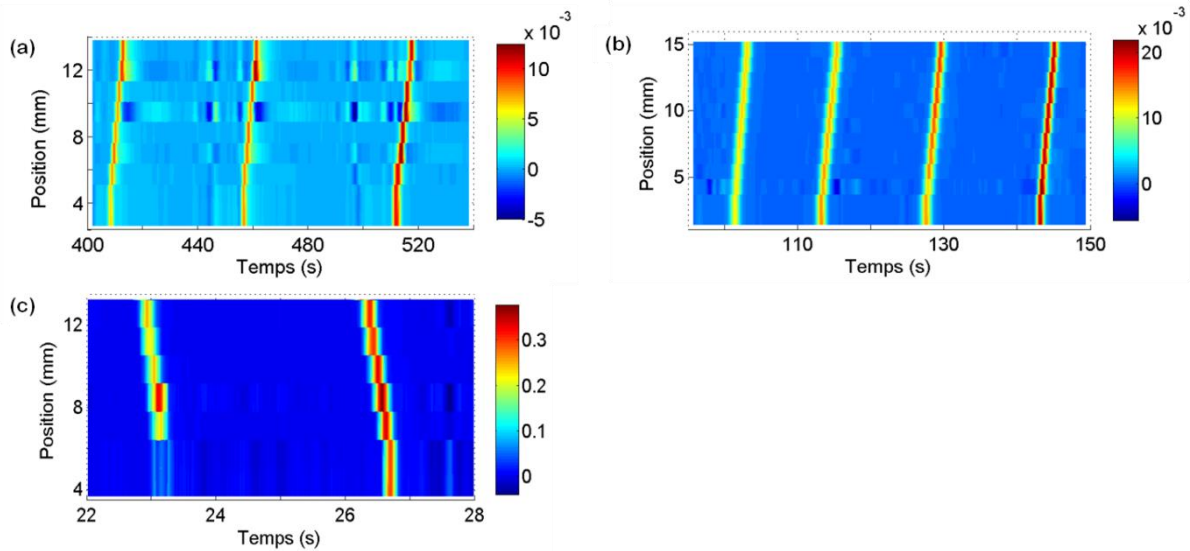


Figure 3-3. Représentation spatio-temporelle de vitesse de déformation locale pour différentes vitesses de déformation appliquées. (a) échantillon TWIP-A3 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 5,6 \times 10^{-4} s^{-1}$; (b) échantillon TWIP-B8 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} s^{-1}$; (c) échantillon TWIP-B9 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,5 \times 10^{-2} s^{-1}$. La barre colorée sur la droite des cartes donne les valeurs de vitesse de déformation locale $\dot{\epsilon}_b$ (s^{-1}). Des segments verticaux observés près des bords des figures sur les traces de bandes inclinées sont dus à un artefact de la conversion des images dans le logiciel Matlab.

On peut remarquer plusieurs choses d'après cette figure. Tout d'abord, les données présentées confirment que plus l'essai progresse dans le temps, plus la brillance des bandes s'accroît et tend à saturer lorsqu'une certaine déformation est atteinte. La vitesse de déformation locale à l'intérieur de la bande $\dot{\epsilon}_b$ qui reste relativement constante lors de sa propagation entre les extensomètres) atteint alors une valeur maximale supérieure d'environ un ou deux ordres de grandeur par rapport à la vitesse de déformation appliquée $\dot{\epsilon}_a$. Le rapport $\dot{\epsilon}_a/\dot{\epsilon}_b$ évolue donc au cours de l'essai selon l'état de déformation. Cette évolution est qualitativement la même à toutes les vitesses de déformation appliquées, bien que le rapport quantitatif puisse être différent.

D'autre part, on remarque que les bandes ont un caractère propageant persistant pour toutes les vitesses de déformation (on notera que l'échantillon TWIP-B9 (Figure 3-3 (c)) présente des bandes de déformations qui, contrairement aux autres échantillons, se déplacent du bas de l'échantillon - tête dans le mors mobile - vers le haut). Cela est en accord avec la morphologie des courbes de déformation qui présentent toutes des brusques sauts de contrainte suivis d'un état de contrainte plus stable (voir Figure 1-16). La détection de la propagation est assez difficile à la plus faible vitesse de déformation ($\dot{\epsilon}_a = 2,08 \times 10^{-5} s^{-1}$), compte tenu de la limitation du temps d'enregistrement à 600 s qui ne représente qu'un petit intervalle de

déformation à cette vitesse. Un cycle complet de propagation n'a donc pas pu être enregistré à cette vitesse. Cependant, on retrouve pendant plusieurs centaines de secondes des caractéristiques du développement d'une bande de déformation telle qu'on l'a décrite précédemment.

Ce comportement, similaire à celui observé à des plus grandes vitesses de déformation appliquée, diffère du comportement des bandes de type C, statiques et prononcées, qui se manifestent généralement dans ce domaine de $\dot{\epsilon}_a$ pour les matériaux présentant l'effet PLC.

On a donc identifié dans cette première partie les caractéristiques des bandes de déformation caractérisant l'instabilité plastique de ces aciers. On a pu voir qu'à chaque fluctuation de contrainte sur la courbe de déformation est associée une bande de déformation. On s'intéresse à présent à l'apparition des premières bandes de déformation et à la détermination de la déformation critique.

3.2. Déformation critique

On a vu dans l'étude bibliographique que pour préciser les interactions existant entre les dislocations et les atomes de soluté, plusieurs auteurs s'attachent à évaluer les énergies d'activation des processus thermiques responsables des instabilités plastiques. Cela a été fait par certains d'entre eux pour les aciers Fe22MnC [SHU92, ALL04, BRA07, KUN08] ou les aciers Hadfield [DAS81] à partir de la relation proposée par Nakada [NAK70] (voir équation 1-9). Les valeurs ainsi obtenues sont toutes sensiblement inférieures à l'énergie d'activation pour la diffusion du carbone [DAS81, SHU92, ALL08] mais différent entre elles, parfois d'un ordre de grandeur. La détermination de la déformation critique ϵ_{cr} pour le début de l'instabilité pourrait être en cause dans ces différences étant donné que ce paramètre est susceptible de dépendre de l'échelle d'observation. On se propose ainsi d'étudier l'apparition des premières instabilités plastiques dans les aciers TWIP grâce à l'exploitation de données d'extensométrie locale.

La déformation critique est mesurée comme étant la déformation minimale à partir de laquelle apparaissent les premières instabilités plastiques qui correspondent aux premières fluctuations de contrainte. Cette grandeur est généralement déterminée directement sur la courbe de déformation lors de l'apparition des premières fluctuations de contrainte. Ce type d'approche pourrait donner des résultats satisfaisants dans les cas où les instabilités apparaissent

brusquement, comme par exemple dans le cas des fluctuations de type C de l'effet PLC. L'apparition progressive des fluctuations de contrainte rend ce type de procédure plus incertain. En effet, le problème n'est pas tant de connaître le soin pris par l'expérimentateur pour examiner la courbe de déformation mais de savoir comment distinguer les fluctuations dues à l'instabilité plastique et associées aux bandes de déformation, des fluctuations dues à l'hétérogénéité intrinsèque de l'écoulement plastique et au bruit expérimental. Cette question n'a pas encore été discutée dans la littérature. On verra par la suite que la méthode usuelle peut conduire à une surestimation importante de la valeur de ϵ_{cr} pour les aciers TWIP. La Figure 3-4 présente l'évolution de la contrainte nominale en fonction du temps $\sigma(t)$ pour un acier TWIP déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. La Figure 3-4 (a) balaye un intervalle de temps couvrant pratiquement toute la durée de l'essai (à partir de la transition élastoplastique), correspondant à peu près à une déformation nominale ϵ de 0,07 à 0,3, et permet d'avoir une vue d'ensemble des fluctuations de contrainte. Dans le but de déterminer à quel moment celles-ci apparaissent, on resserre l'intervalle de temps au début de la courbe comme le montre la Figure 3-4 (b). A partir de cette figure, on peut estimer que la déformation critique se situera aux alentours de 16 s de déformation, ce qui correspond à une déformation nominale de 0,118. Cette détermination reste assez vague et peut varier d'un œil à l'autre. Afin d'obtenir cette information avec davantage de précision, on considère la dérivée de la contrainte en fonction du temps $\dot{\sigma}(t)$, pour laquelle les fluctuations seront plus marquées (voir Figure 3-5). On voit sur cette figure que l'instant critique d'apparition des fluctuations de contrainte se situerait plutôt aux alentours de 14 s, ce qui correspond à une déformation nominale de 0,103.

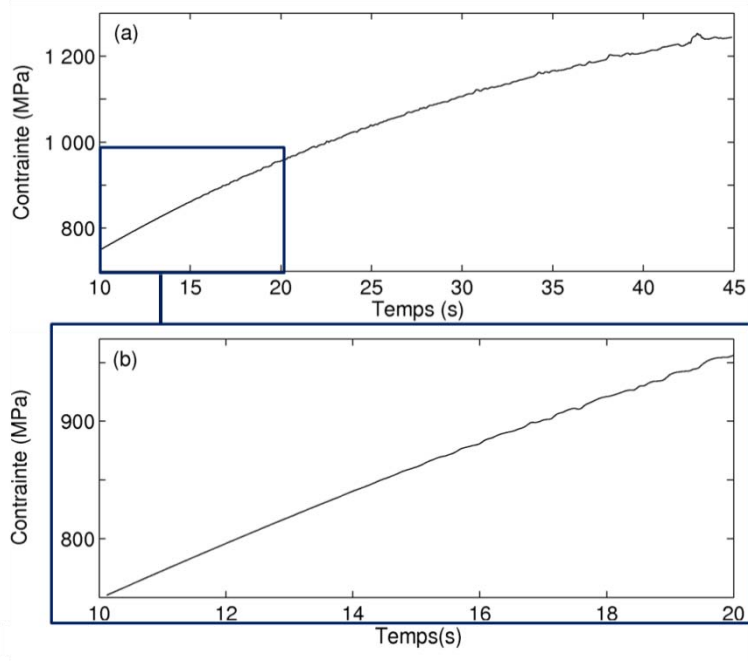


Figure 3-4. (a) évolution de la contrainte nominale en fonction du temps pour l'échantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. (b) agrandissement d'une partie de la courbe (a).

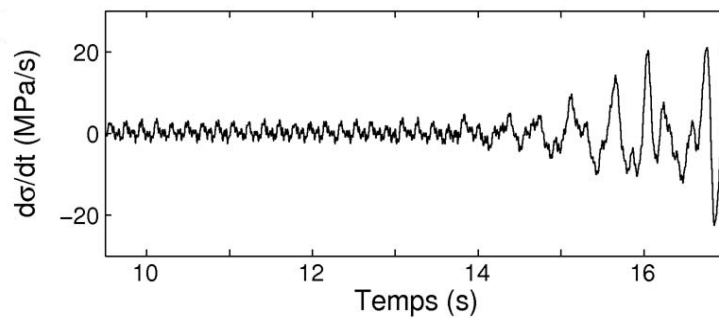


Figure 3-5. Dérivée de la contrainte nominale en fonction du temps dans un court intervalle de temps, lors de l'apparition des premières fluctuations de contrainte pour l'échantillon TWIP-A4.

On compare à présent l'évolution de la contrainte nominale en fonction du temps et les cartes spatio-temporelles de vitesse de déformation afin de corréliser l'apparition des fluctuations de contrainte avec le développement des bandes de déformation. La Figure 3-6 illustre donc le développement de l'instabilité plastique pour ce même échantillon d'acier TWIP déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ en mettant en parallèle la courbe $\sigma(t)$ dans le même intervalle de temps que la Figure 3-4, la carte de vitesse de déformation correspondante ainsi que sa variante sur-lissée. Le sur-lissage de la Figure 3-6 (c) réduit à la fois le contraste causé par les traces

brillantes et élimine les plus hautes fréquences du motif, permettant ici de bien distinguer les bandes de déformation. Bien que le sur-lissage donne des valeurs erronées de la largeur des bandes et de la vitesse de déformation à l'intérieur de celles-ci, il décrit correctement le motif spatio-temporel dans la mesure où le fait que la vitesse de déformation à l'intérieur des bandes s'accroît avec la déformation et tend à saturer est bien retrouvé qualitativement.

Comme cela a déjà été précisé dans le chapitre expérimental, certaines transitions noir/blanc sortent du champ de vision de la caméra au cours de l'essai et d'autres y entrent. Par conséquent, plus l'intervalle de temps enregistré recouvre une déformation importante, plus la partie des transitions restant dans le champ de vision pendant tout l'intervalle de temps est faible. Ainsi pour l'échantillon TWIP-A4 testé à une vitesse de déformation élevée, une région assez étroite de l'échantillon (environ un dixième de la longueur utile) est analysée sur la Figure 3-6.

On observe sur la Figure 3-6 (b) la présence des bandes de déformation, distinguables à partir de 16 s environ, qui se font plus espacées dans le temps au cours de l'essai, de même que les sauts des contraintes avec lesquels elles sont directement corrélées. Si on examine la Figure 3-6 (b) avec plus d'attention, on remarquera qu'une certaine hétérogénéité, bien qu'assez faiblement résolue, peut être distinguée pour $t < 16$ s, de manière cohérente avec les fluctuations de $\dot{\sigma}(t)$ observées sur la Figure 3-5 avant $t = 16$ s. L'application du sur-lissage permet de révéler des ombres de bandes de déformation à partir de 10 s, comme on le voit sur la Figure 3-6 (c), c'est-à-dire, beaucoup plus tôt par rapport à la valeur de la déformation critique mesurée sur la courbe de déformation.

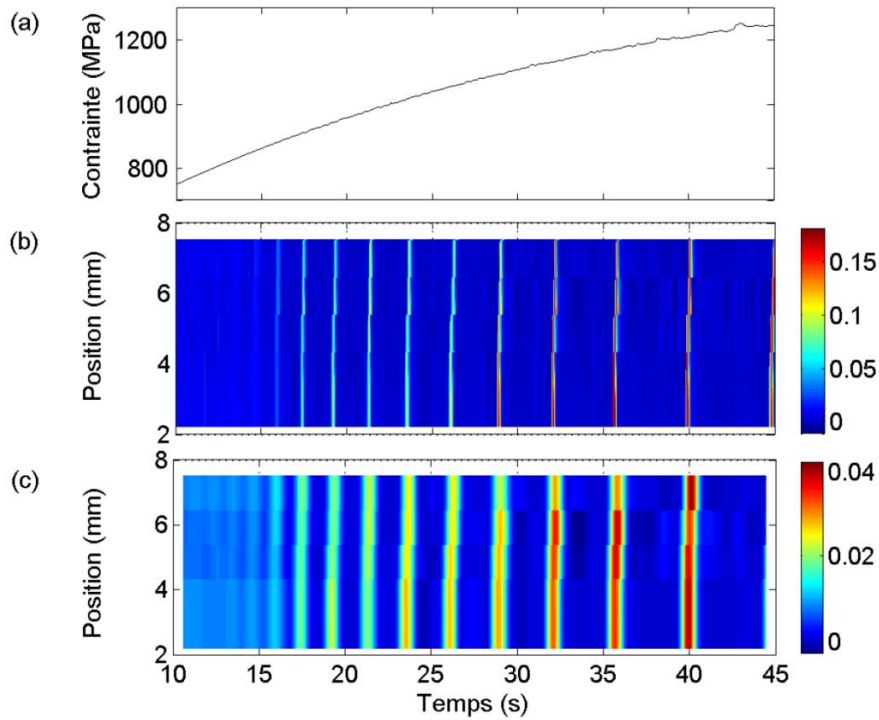


Figure 3-6. (a) courbe de déformation de l'échantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. (b, c) cartes spatio-temporelle de vitesse de déformation : lissage sur 30 points (b) ; lissage sur 300 points (c). La barre colorée sur la droite de la carte donne les valeurs de vitesse de déformation locale $\dot{\epsilon}_b$ (s^{-1}).

Effectivement, bien que la valeur de vitesse de déformation locale $\dot{\epsilon}_b$ dans ces bandes diminue jusqu'à la disparition des traces d'hétérogénéité les plus à gauche de l'image, quatre traces entières de propagation de bandes de déformation sont clairement visibles.

La Figure 3-7 met en avant cette hétérogénéité et le développement des premières bandes de déformation pour ce même échantillon TWIP-A4 (Figure 3-7 (b)) et pour deux autres échantillons TWIP-B8 et TWIP-B9 déformés à une vitesse inférieure (Figure 3-7 (a)) et supérieure (Figure 3-7 (c)), respectivement. On notera que les dimensions de ces deux échantillons sont différentes de celle de l'échantillon TWIP-A4 (voir section 2.5.1).

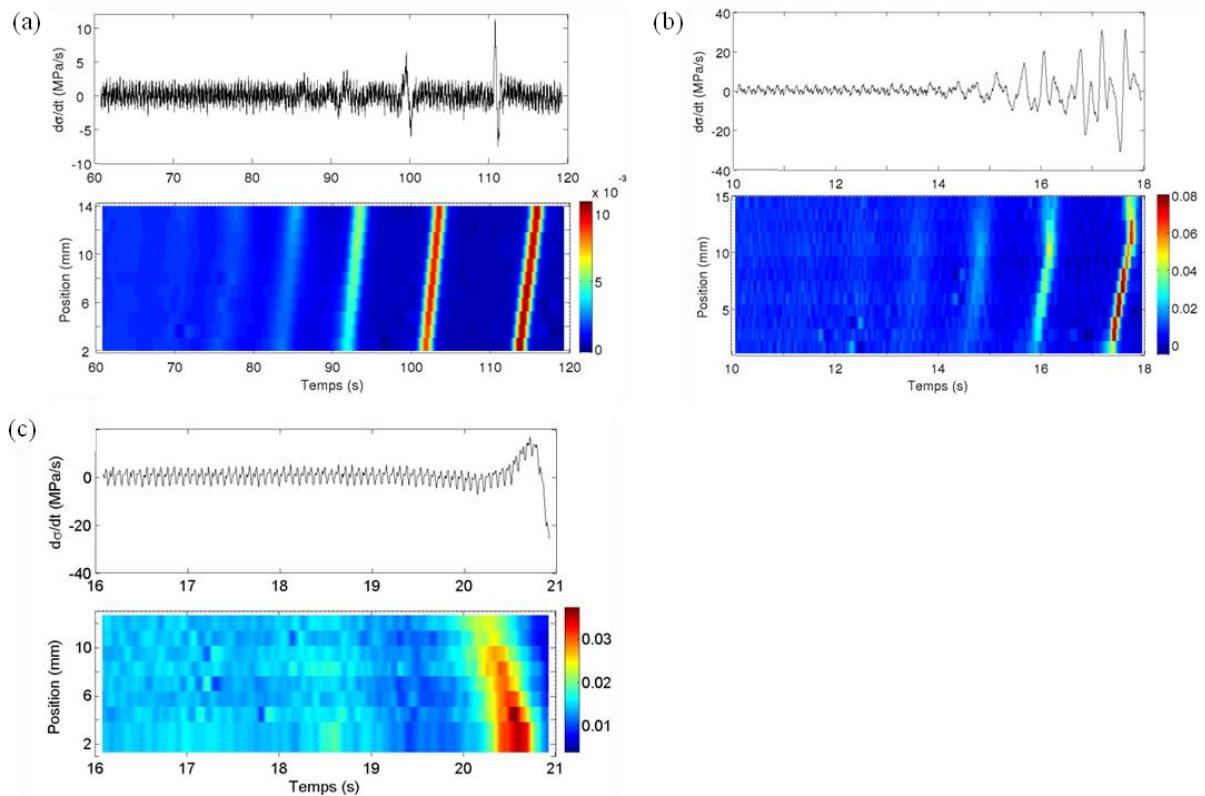


Figure 3-7. Cartes spatio-temporelles de vitesses de déformation, volontairement sur-lissées, pour des échantillons déformés à différentes vitesses : (a) échantillon TWIP-B8 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; lissage sur 400 points, (b) échantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; lissage sur 30 points, (c) échantillon TWIP-B9 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$; lissage sur 40 points. Les échantillons ont des dimensions de zone utile différentes ; (a) et (c) : $60 \times 2,56 \times 1,25 \text{ mm}^3$; (b) : $75 \times 5,36 \times 0,6 \text{ mm}^3$. La barre colorée sur la droite de la carte donne les valeurs de vitesse de déformation locale $\dot{\epsilon}_b$ (s^{-1}).

Pour les trois cas présentés sur cette figure, on observe la propagation claire et périodique de bandes de déformation lors des fluctuations de $\dot{\sigma}(t)$ de grande amplitude qui correspondent aux fluctuations de contrainte visibles sur la courbe de traction. On observe avant cela une hétérogénéité de déformation pendant les ondulations régulières de faible amplitude de $\dot{\sigma}(t)$, bien visible surtout pour les échantillons TWIP-B8 et TWIP-A4, qui présentent une périodicité d'environ 10 s et 1 s respectivement. A la plus grande vitesse, la courbe de la Figure 3-7 (c) présente l'ensemble des fluctuations de contrainte et donc des bandes de déformation qui ont lieu pendant ce court essai de 30 s. L'augmentation de $\dot{\epsilon}_b$ dans l'ensemble du matériau est très rapide pour cet échantillon déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. Par conséquent, le rapport entre $\dot{\epsilon}_b$ et $\dot{\epsilon}_a$ varie très rapidement entre le début et la fin de l'intervalle de temps présenté sur la Figure 3-7 (c), ce qui brouille le contraste des premières

bandes de déformation. Malgré cela, une hétérogénéité de déformation est bien visible avant la première chute de contrainte qui se manifeste sur la courbe $d\sigma/dt(t)$ peu avant 21 s.

Nous ne disposons pas de données d'extensométrie locale au moment de l'apparition des fluctuations de contraintes pour les plus faibles vitesses de déformation appliquées (de l'ordre de $5,6 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ et $2,1 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$) à cause de la plage temporelle d'enregistrement restreinte. Cependant, comme on l'a vu au paragraphe 3.1, on retrouve à ces vitesses le même comportement qu'aux autres vitesses de déformation, notamment la propagation persistante des bandes de déformation associées à des sauts de contrainte de même morphologie dans le domaine $\dot{\epsilon}_a = 2,1 \times 10^{-5} \text{s}^{-1} - \dot{\epsilon}_a = 2,5 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$.

Les cartes spatio-temporelles de vitesse de déformation locale des Figure 3-6 et Figure 3-7 témoignent non seulement du fait que des bandes de déformation sont observées avant la déformation critique pour le début des fluctuations de contrainte, mais le motif global est bien défini par les paramètres attribués aux bandes de déformation, à savoir une tendance à une vitesse de bande décroissante et une vitesse de déformation à l'intérieur de bandes $\dot{\epsilon}_b$ qui augmente

On peut ainsi conjecturer que toutes les bandes de déformation appartiennent à une séquence unique de l'évolution de l'instabilité plastique. Cela impliquerait donc que l'instabilité n'aurait pas lieu de manière soudaine mais se développerait progressivement avant que la déformation critique ϵ_{cr} ne soit détectée sur la courbe de déformation. L'analyse du comportement à une échelle spatio-temporelle inférieure va permettre d'apporter des éléments nouveaux concernant l'apparition de l'instabilité plastique.

3.3. Comportement à petite échelle

3.3.1. Description générale

Les données fournies par l'extensométrie locale à haute résolution nous permettent d'affiner l'échelle de temps et ainsi d'observer avec davantage de précision l'hétérogénéité de la déformation lors de l'écoulement macroscopiquement lisse, c'est-à-dire, avant la déformation critique, mais aussi pendant la phase de propagation d'une bande de déformation, entre deux

fortes fluctuations de contrainte. On considère d'abord le comportement observé avant l'apparition de l'instabilité macroscopique.

La Figure 3-8 propose un agrandissement de la Figure 3-6 (c) dans l'intervalle 10 s – 14 s.

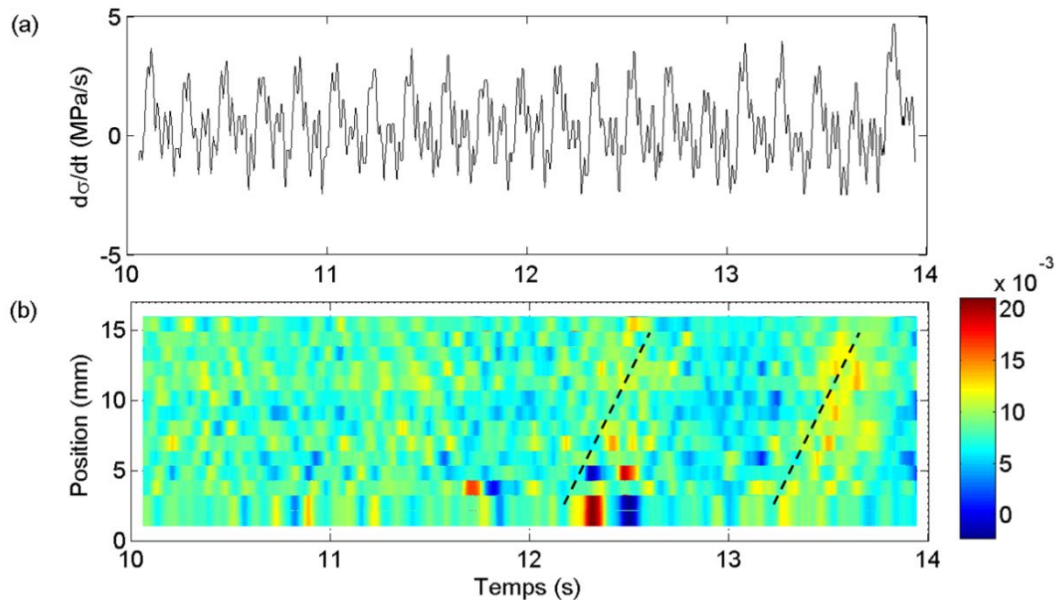


Figure 3-8. Echantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\varepsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. (a) dérivée de la contrainte à proximité de la transition élastoplastique et (b) carte de vitesse de déformation locale permettant de distinguer plusieurs nuances : (i) sauts de vitesse de déformation localisés (taches jaunes à rouge) ; (ii) larges nuées avec une période d'environ 1 s, correspondant à une modulation lente des oscillations de la dérivée de la contrainte ; (iii) alignement des taches indiquant la propagation de la déformation au travers de la séquence de marqueurs et correspondant à peu près aux oscillations prononcées de la dérivée de la contrainte. La barre colorée sur la droite de la carte donne les valeurs de vitesse de déformation locale $\dot{\varepsilon}_b$ (s^{-1}).

Les bandes de déformation évoquées précédemment et correspondantes à l'hétérogénéité avec une période de 1 s (voir Figure 3-7 (b)) apparaissent comme des ombres constituées de taches brillantes (du jaune au rouge) de densité croissante qui révèlent une activité intense, séparées par des régions dénuées d'activité (bleues). Des sections horizontales de cette carte, qui désignent l'évolution temporelle de la vitesse de déformation en un point donné, montrent une alternation des taches claires et sombres correspondant approximativement aux oscillations du signal $\dot{\varepsilon}_i(t)$. De plus, on peut remarquer que des taches de la même couleur sont souvent arrangées le long de lignes caractéristiques, comme on peut le voir au travers des lignes en pointillés qui indiquent la propagation de l'activité plastique locale le long de l'échantillon. En outre, malgré le caractère discret de l'information imposé par la distance de 1 mm entre les marques peintes, on peut reconnaître que la propagation n'est pas nécessairement quasi

continue mais peut se développer de manière interrompue, en restant sur une ligne caractéristique. Ce comportement à petite échelle représente donc simultanément des aspects ondulatoires et intermittents, ces derniers se manifestant au travers d'ensembles de taches de couleur sans ordre apparent.

Des cartes similaires sont retrouvées avant la déformation critique macroscopique des échantillons TWIP-B8 et TWIP-B9 testés à des vitesses de déformation différentes (voir Figure 3-9).

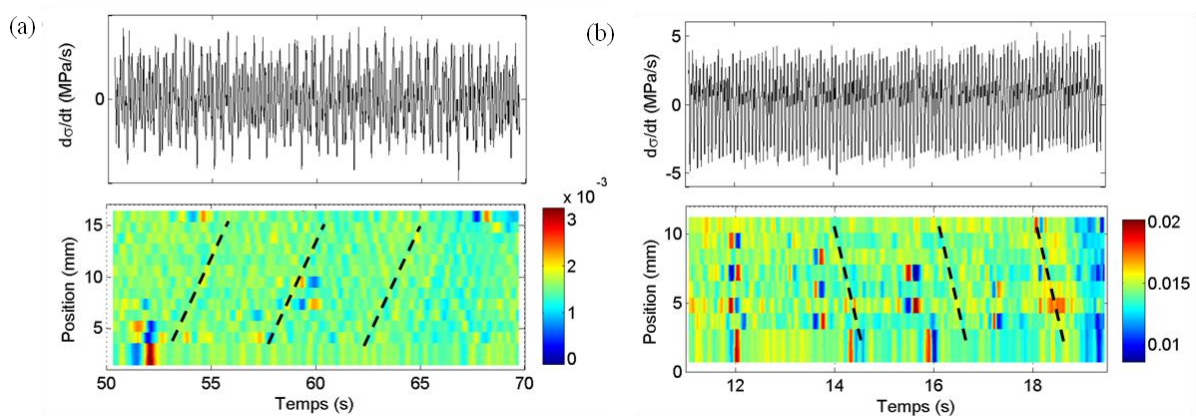


Figure 3-9. Représentations spatio-temporelles du comportement des aciers TWIP avant la déformation critique. (a) échantillon TWIP-B8 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$; (b) échantillon TWIP-B9 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,5 \times 10^{-2} \text{ s}^{-1}$. La barre colorée sur la droite de la carte donne les valeurs de vitesse de déformation locale $\dot{\epsilon}_b \text{ (s}^{-1}\text{)}$.

On retrouve là encore l'arrangement de taches de même couleur le long de lignes apparentes révélant l'hétérogénéité observée sur les Figure 3-7 (a) et (c). Un tel comportement à petite échelle n'est pas unique pour le matériau étudié. Des motifs similaires ont été observés en utilisant la même technique expérimentale sur des monocristaux de Cu pur pourtant caractérisés par une déformation plastique macroscopique uniforme [FRES09], de même que par une technique de corrélation d'images digitales sur des polycristaux AlMg, dans un domaine de déformation situé avant le début des fluctuations macroscopiques causées par l'effet PLC [MUD11].

Un comportement similaire, à la fois ondulatoire et intermittent est également observé pendant les fortes fluctuations de contrainte (voir Figure 3-10) et pendant la période où la contrainte est relativement homogène entre les fluctuations (voir Figure 3-11) à plusieurs vitesses de déformation et notamment à la plus faible (Figure 3-11 (a)).

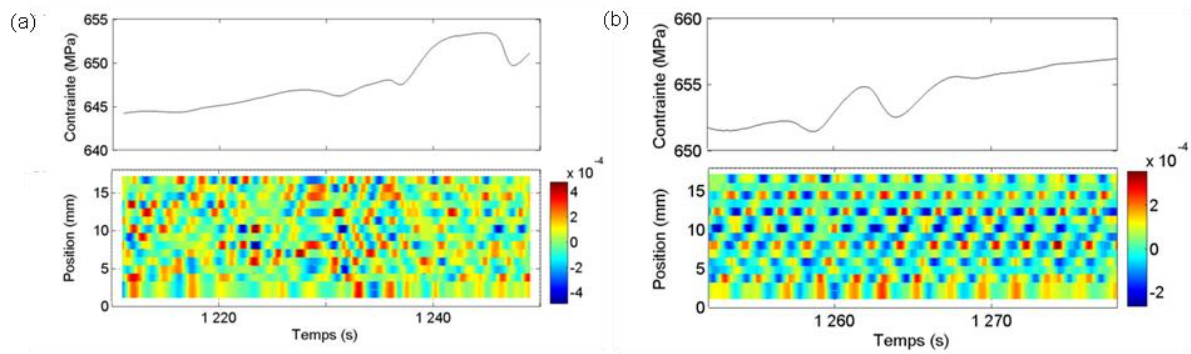


Figure 3-10. Cartes spatio-temporelles de vitesse de déformation (s^{-1}) en parallèle de l'évolution de la contrainte nominale pour l'échantillon TWIP-B5 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 1 \times 10^{-4} s^{-1}$ à deux instants différents de l'essai de traction, pendant les fluctuations de contrainte macroscopiques.

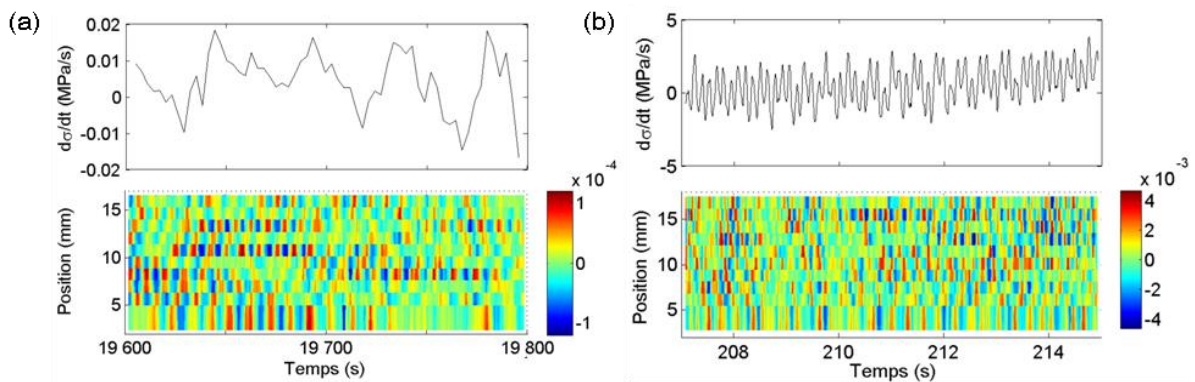


Figure 3-11. Cartes spatio-temporelles de vitesse de déformation (s^{-1}) en parallèle de l'évolution de la dérivée de la contrainte dans une période de temps située entre deux grandes fluctuations de contrainte. (a) Echantillon TWIP-B3 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,1 \times 10^{-5} s^{-1}$; (b) échantillon TWIP-B8 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} s^{-1}$.

Ces résultats laissent donc penser que le comportement à petite échelle décrit ici avant la déformation critique (Figure 3-9) pour le début des instabilités révèle des phénomènes ondulatoires et intermittents similaires à ceux rencontrés pendant l'écoulement instable. On peut donc supposer que les ondes observées avant la déformation critique sont de nature plastique. On notera également une tendance au renforcement de l'aspect intermittent au cours de la déformation, au détriment de l'aspect ondulatoire, conformément aux observations dans d'autres matériaux [FRES09, MUD11]. Les analyses présentées dans les deux sections

suivantes vont permettre d'apporter quelques éléments supplémentaires vis-à-vis de cette conjecture.

3.3.2. Ondes plastiques

Les mesures d'extensométrie locales ont permis de mettre en lumière une organisation spatio-temporelle complexe où on retrouve à la fois de l'intermittence de la déformation, marquée par la localisation de pics de vitesse de déformation, et également des motifs particuliers qui laissent suggérer la présence d'ondes plastiques dans ce matériau.

L'application ces dernières années de différentes méthodes optiques d'extensométrie locale a permis de révéler une hétérogénéité évidente de la déformation plastique qui se manifeste sous la forme d'ondes de déformation plastique de faible amplitude et de faible vitesse [ZUE07]. L'observation de telles ondes pendant la déformation de différents matériaux a conduit à la conjecture qu'elles pourraient être essentiellement gouvernées par quelques lois génériques de nature dynamique, indépendantes des mécanismes particuliers de déformation.

Afin de préciser la nature du comportement observé dans notre matériau, une analyse affinée des signaux de la dérivée de la contrainte $\dot{\sigma}(t)$ et de la vitesse de déformation locale pour un extensomètre unitaire $\dot{\epsilon}_i(t)$ a été réalisée. La Figure 3-12 confronte l'analyse de ces deux signaux pour l'échantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. L'intervalle de temps est choisi de manière à correspondre à celui présenté sur la Figure 3-8 mais il est quelque peu élargi pour faire apparaître le temps correspondant à la déformation critique déterminée macroscopiquement ($t \approx 14 - 16 \text{ s}$).

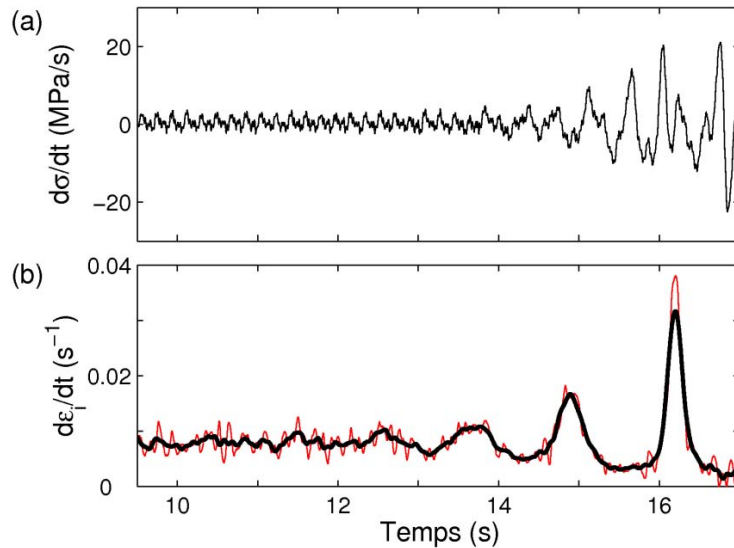


Figure 3-12. (a) évolution de la dérivée de la contrainte en fonction du temps pour l'échantillon TWIP-A4. (b) variation de la vitesse de déformation pour un seul extensomètre, en fonction du temps ; courbe noire : lissage 300, courbe rouge : lissage 30. $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

L'évolution $\dot{\epsilon}_i(t)$ est représentée par une courbe construite à partir d'un faible lissage (30 points) des données brutes bruitées sur laquelle est superposée une courbe obtenue avec un lissage plus fort (300 points).

La courbe sur-lissée $\dot{\epsilon}_i(t)$ désignée par une ligne épaisse sur la Figure 3-12 (b) présente des oscillations avec une période d'1 s qui correspond à la périodicité des bandes de déformation observées sur la Figure 3-6 (c) à partir de 10 s. En plus de cette représentation grossière, des oscillations à haute fréquence sont visibles sur la courbe $\dot{\epsilon}_i(t)$ obtenue sans sur-lissage (ligne fine en rouge). Ces nuances semblent visuellement corrélées avec la structure multipériodique de la dérivée de la contrainte $\dot{\sigma}(t)$ présentée sur la Figure 3-12 (a). La dérivée de la contrainte $\dot{\sigma}(t)$ présente quant à elle, pendant l'écoulement plastique macroscopiquement lisse avant la déformation critique ϵ_{cr} apparente, de légères modulations d'amplitude avec une période d'1 s similaire à la période des oscillations de $\dot{\epsilon}_i(t)$ relevées sur la courbe sur-lissée.

On retrouve des observations similaires sur la Figure 3-13 qui présente le même type d'analyse, mais pour l'échantillon TWIP-B8 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$. La fréquence du signal de $\dot{\sigma}(t)$ apparaît bien plus élevée, mais on note tout de même que ces oscillations peuvent être corrélées avec celles de la vitesse de déformation locale.

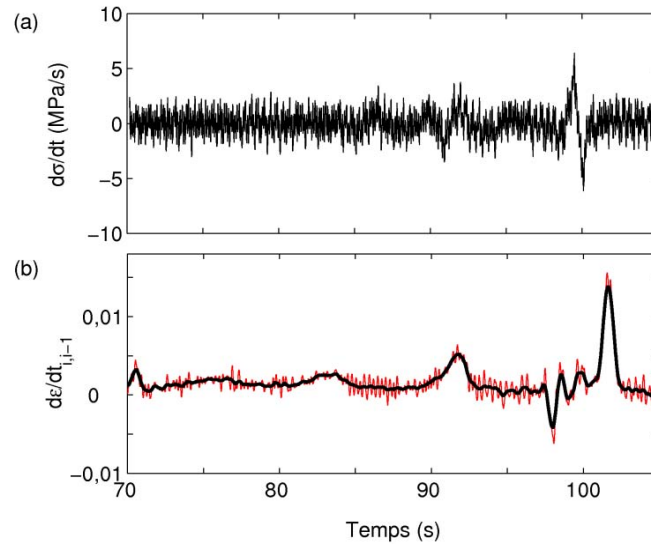


Figure 3-13. (a) évolution de la dérivée de la contrainte en fonction du temps pour l'échantillon TWIP-B8. (b) variation de la vitesse de déformation pour un seul extensomètre, en fonction du temps ; courbe noire : lissage 200, courbe rouge : lissage 80. $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Les oscillations de $\dot{\sigma}(t)$ semblent donc corrélées à des ondulations de la courbe de déformation qui sont à peine distinguables - et qui ont d'emblée été négligées dans les tests mécaniques jusqu'à présent, les considérant comme résultant soit d'un bruit de mesure, soit d'un chargement irrégulier dû à un montage expérimental pas suffisamment précis. Cette éventualité est ici mise en question puisque comme le montrent les Figure 3-12 et Figure 3-13, on observe la transition entre un motif ondulatoire et intermittent de $\dot{\epsilon}_i(t)$, ce qui ne serait pas le cas si les ondulations de la vitesse de déformation n'étaient que la conséquence d'un bruit parasite.

Les observations qualitatives au travers des différentes figures présentées ci-dessus nous permettent de suggérer d'une part la présence d'ondes de déformation avant la déformation critique macroscopique, mais également une corrélation entre deux signaux $\dot{\sigma}(t)$ et $\dot{\epsilon}_i(t)$. Cette conjecture est affinée par l'application de la transformée de Fourier rapide à $\dot{\sigma}(t)$ et $\dot{\epsilon}_i(t)$ qui permet d'obtenir le spectre des fréquences caractéristiques de ces deux signaux.

La Figure 3-14 présente un exemple de cette analyse pour l'échantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

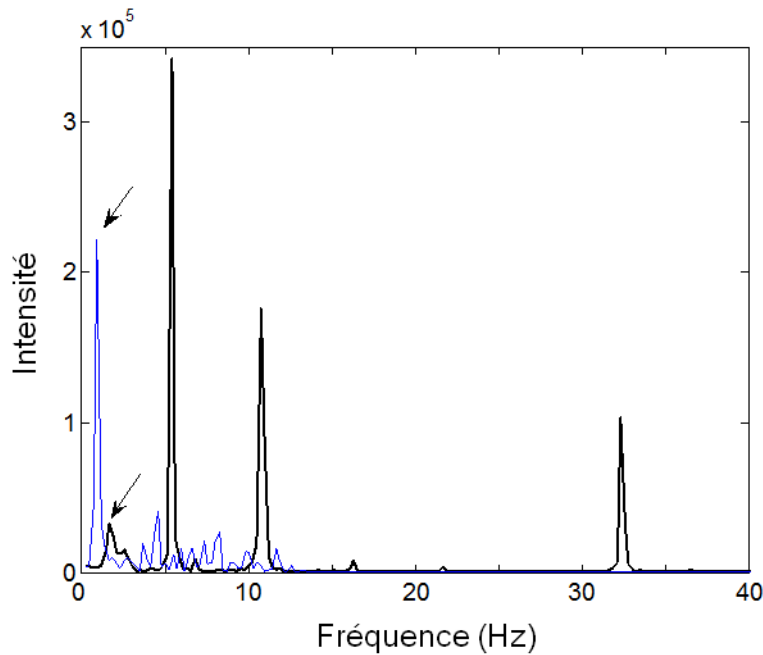


Figure 3-14. Transformation de Fourier rapide des signaux de la dérivée de la contrainte (noir) et de la vitesse de déformation locale (bleu) pour l'échantillon TWIP-A4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

On remarque que les deux signaux présentent des harmoniques de fréquence proche de 1 Hz comme le soulignent les flèches sur cette figure, ce qui est cohérent avec la période des ondulations observées sur les Figure 3-7 (b) et Figure 3-8 (b). Un décalage dans la position des pics n'est pas surprenant car la contrainte est une caractéristique globale qui reflète la réponse plastique de l'ensemble de l'échantillon, alors que les extensomètres donnent une réponse locale. Effectivement, cette différence entre le signal global et le signal local est cohérent avec l'inclinaison des traces des bandes de déformation, ce qui signifie que le saut de vitesse de déformation n'a pas lieu à travers tout l'échantillon à la fois.

En ce qui concerne les harmoniques de haute fréquence, il est difficile d'établir des conclusions fiables à propos de la corrélation entre les deux signaux non seulement à cause de leur nature différente mais également à cause du débruitage des signaux de vitesse de déformation. Cependant, on peut remarquer que les harmoniques secondaires que l'on trouve pour le signal $\dot{\epsilon}_i(t)$ ont lieu dans le même domaine de fréquences que le second et le troisième harmonique du signal de la dérivée de la contrainte $\dot{\sigma}(t)$, ce qui correspond à des fréquences d'environ 5 et 10 Hz. Celles-ci sont en adéquation avec la fréquence des motifs ondulateurs relevés sur la Figure 3-8 (b).

L'analyse par la transformée de Fourier rapide menée ici tend donc à valider la conjecture d'un couplage entre les signaux $\dot{\sigma}(t)$ et $\dot{\epsilon}_i(t)$, confirmant également la nature ondulatoire de la déformation observée avant la déformation critique macroscopique.

Afin de déterminer la nature de ces ondes, des analyses de transformée de Fourier rapide sont également conduites sur des échantillons déformés à d'autres vitesses de déformation. La Figure 3-15 (a) présente le spectre fréquentiel du signal $\dot{\sigma}(t)$ pour l'échantillon TWIP-B8 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$ et la Figure 3-15 (b) celui de l'échantillon TWIP-B1 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,1 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$.

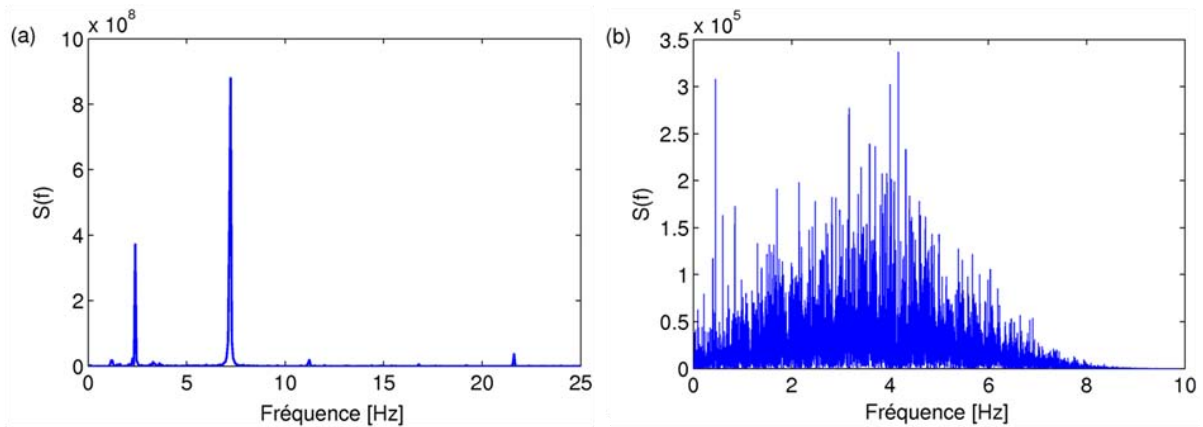


Figure 3-15. Transformée de Fourier rapide du signal $\dot{\sigma}(t)$ pour des échantillons déformés à différentes vitesses de déformation. (a) échantillon TWIP-B8 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$; (b) échantillon TWIP-B1 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 2,1 \times 10^{-5} \text{s}^{-1}$.

Ces deux figures présentent des spectres très différents. Alors que le spectre de l'échantillon TWIP-B8 est constitué de fréquences caractéristiques qui se détachent nettement à la manière de ce que l'on obtient pour l'échantillon TWIP-A4 (Figure 3-14), l'échantillon TWIP-B1 présente un large spectre sans fréquence caractéristique.

La Figure 3-16 propose un agrandissement dans un domaine fréquentiel restreint des spectres associés aux différents échantillons présentés ci-dessus. La comparaison des spectres de Fourier pour différentes vitesses de déformation montre quelques harmoniques dominantes caractérisées par la propriété de similitude dans l'intervalle $5,6 \times 10^{-4} \text{s}^{-1} - 2,5 \times 10^{-2} \text{s}^{-1}$. En effet, les spectres relatifs aux échantillons TWIP-A4 et TWIP-B8 sont superposés sur la Figure 3-16 (a). Cette figure est construite en prenant l'échantillon TWIP-B8 comme

référence, l'axe des fréquences de l'échantillon TWIP-A4 étant remis à l'échelle dans la proportion du rapport entre les deux vitesses de déformation appliquées.

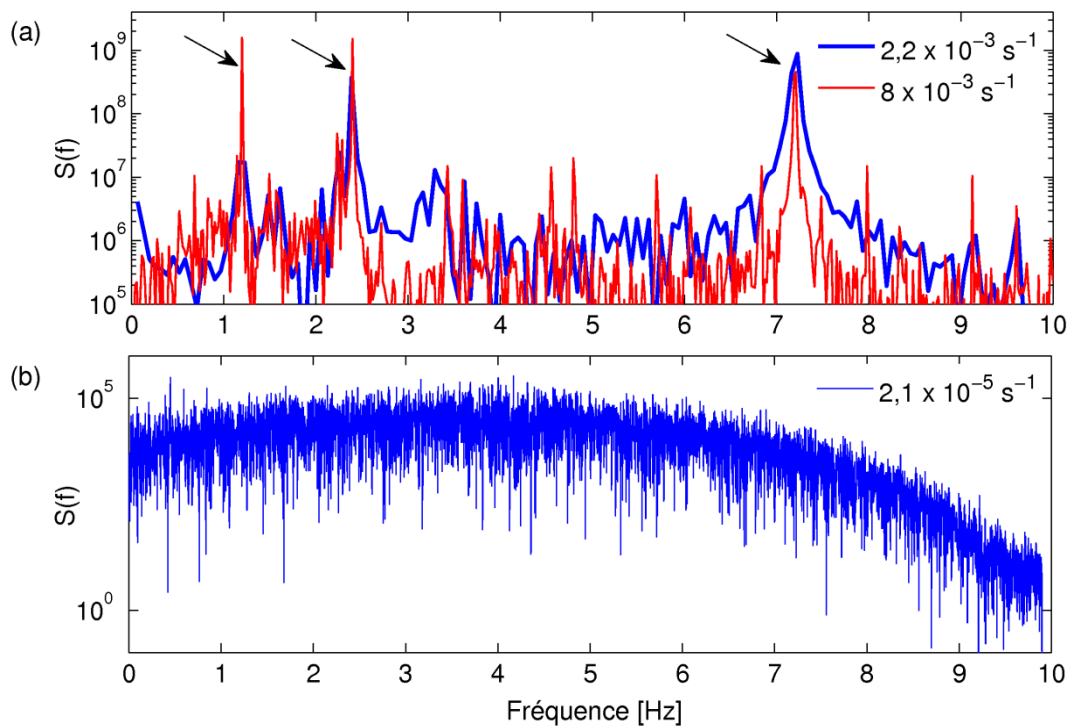


Figure 3-16. (a) partie d'un spectre de Fourier de la dérivée de la contrainte obtenu pour deux valeurs de la vitesse de déformation appliquée : $\dot{\epsilon}_a = 2,2 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (TWIP-B8 en bleu) et $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ (TWIP-A4 en rouge). L'axe de la fréquence est remis à l'échelle pour la courbe rouge dans les proportions du rapport entre les deux valeurs de vitesse de déformation. Les flèches désignent trois pics en particulier qui se superposent. (b) large spectre de Fourier pour $\dot{\epsilon}_a = 2,1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ (TWIP-B1) qui ne présente pas de fréquences caractéristiques.

La coïncidence des fréquences remises à l'échelle pour ces échantillons est d'autant plus surprenante qu'ils ont des dimensions différentes et par conséquent, pas la même valeur du module élastique du système « machine-échantillon ». Une telle similitude témoigne de la nature plastique des oscillations : les fréquences des processus de déformation s'ajustent elles-mêmes afin d'accommoder la vitesse de déformation imposée $\dot{\epsilon}_a \geq 1 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Le changement de ce comportement quand $\dot{\epsilon}_a$ atteint de très petites valeurs renforce cette conclusion. On voit en effet que lorsque $\dot{\epsilon}_a$ diminue jusqu'à $2,1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$, un large spectre sans fréquence caractéristique est alors obtenu (Figure 3-16 (b)). La transition dans le comportement qualitatif confirme d'une part que les ondes ne sont pas dues à des oscillations parasites du dispositif expérimental. Elle permet aussi de faire une conjecture sur le

mécanisme de couplage spatial dans le matériau qui se déforme de manière hétérogène. Effectivement, la corrélation réduite entre les fluctuations de contrainte, qui se reflète dans le large spectre de Fourier, prouve qu'une telle corrélation est due aux contraintes internes générées par les incompatibilités de déformation locales. L'influence de $\dot{\epsilon}_a$ sur le degré de corrélation peut ainsi être expliquée par un équilibre dynamique entre l'écoulement plastique hétérogène et l'effet d'homogénéisation de la relaxation plastique des contraintes internes, pour lequel davantage de temps est disponible à une faible vitesse de déformation.

3.3.3. Intermittence

En complément des mesures locales de la déformation, les mesures d'émission acoustique (EA) permettent d'étudier finement l'intermittence des processus de déformation lors des essais de traction. La Figure 3-17 illustre la juxtaposition d'une portion de courbe de déformation avec le signal respectif d'EA pour l'échantillon TWIP-B4 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$.

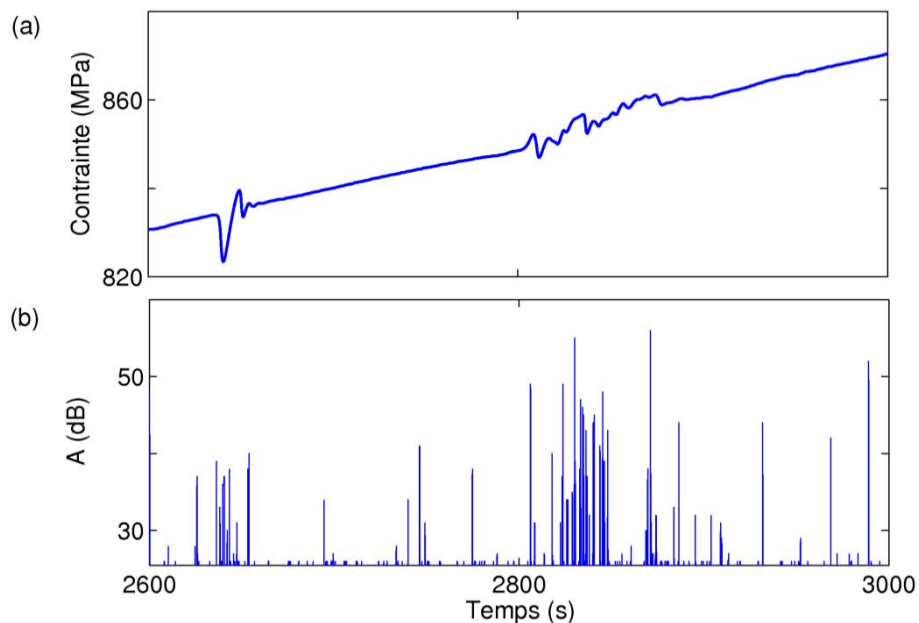


Figure 3-17. (a) partie de la courbe de déformation ; (b) signal d'émission acoustique décrivant l'amplitude A maximale des événements acoustiques correspondants, pour $\dot{\epsilon}_a = 1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ (TWIP-B4).

On peut voir que l'EA est particulièrement active pendant les fluctuations de contrainte associées à la nucléation de la bande de déformation, alors que le signal est plus faible pendant la propagation subséquente qui est caractérisée par un écoulement plastique plus homogène. Toutefois, on remarquera que des pics d'EA de grande amplitude sont visibles sur l'ensemble de la courbe de déformation.

Comme cela est décrit dans le chapitre 1, l'émission acoustique accompagnant la déformation plastique de différents matériaux a révélé un caractère en loi-puissance persistant des distributions statistiques de l'amplitude d'EA ou de son énergie. Ces données reflètent un caractère intermittent et avalancheux des processus plastiques à une échelle mésoscopique correspondante à l'EA [RIC06a]. Un des résultats essentiels pour l'interprétation des données obtenues dans ce travail de thèse est que les valeurs de l'exposant de la loi puissance sont considérablement plus grandes en présence de l'effet PLC qu'en son absence. C'est pour cette raison que nous avons commencé une étude statistique des données d'EA enregistrées lors de la déformation d'aciers TWIP. Ces nouvelles observations expérimentales devraient en effet permettre d'enrichir la discussion sur le rôle de l'effet PLC dans la déformation plastique des aciers TWIP à température ambiante. Les premiers résultats sont présentés ci-dessous.

Un exemple de la distribution du carré de l'amplitude des événements acoustiques d'un échantillon déformé à $\dot{\epsilon}_a = 1 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ est présentée sur la Figure 3-18.

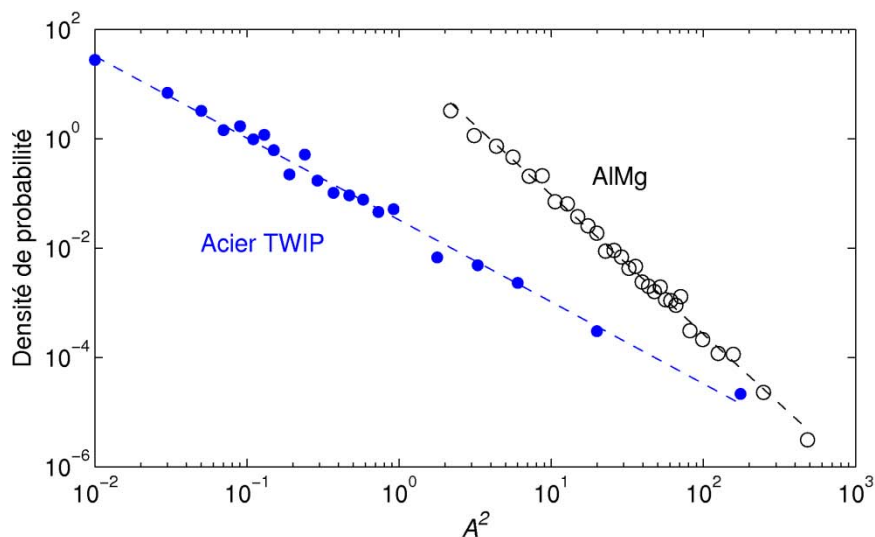


Figure 3-18. Fonction de densité de probabilité (voir section 2.3.2) pour l'amplitude normalisée au carré des événements d'EA pour l'échantillon TWIP-B4 (bleu) ; la pente de la répartition en loi puissance donne une valeur de $1,5 \pm 0,03$. Comparaison avec un alliage d'AlMg présentant l'effet PLC (noir) ; la pente donne une valeur de 2.

Cette répartition est représentative de l'ensemble de l'essai, pendant les fluctuations de contrainte comme pendant la déformation macroscopiquement homogène entre la transition élastoplastique et le début des fluctuations de contrainte. La pente de la loi-puissance décrite ici révèle une valeur $\alpha \approx 1,5 - 1,6$. Ce résultat est similaire à ce qui a été obtenu à une vitesse de déformation inférieure $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ sur le même type de matériau mais avec un dispositif expérimental différent [ALL04].

On notera que les résultats obtenus pour les aciers TWIP sont sensiblement différents de ceux obtenus pour des matériaux présentant l'instabilité PLC (α typiquement entre 2 et 3 [LEBY12b]) ; ils sont en revanche parfaitement cohérents avec les statistiques trouvées pour des matériaux déformés par une combinaison de glissement et de maillage [SHA12b, RIC06a].

3.4. Conclusions

Deux échelles distinctes de plasticité sont observées dans cet acier TWIP à haute teneur en manganèse déformé à température ambiante.

3.4.1. Echelle mésoscopique

Premièrement, l'application des techniques d'extensométrie locale et d'émission acoustique a permis d'observer des phénomènes révélant l'hétérogénéité de la déformation plastique à une échelle fine par rapport à l'instabilité macroscopique, ce qui n'avait pas été étudié pour ces aciers auparavant. En utilisant l'extensométrie locale, nous avons pu observer des motifs spatio-temporels complexes qui comprennent conjointement des ondes de la déformation plastique et des localisations intermittentes menant à des « bursts » de la vitesse de déformation locale. Les mesures de l'EA ont quant à elles permis de détecter des séries de « bursts » (événements acoustiques) qui confirment le caractère intrinsèquement intermittent de l'évolution de la déformation plastique.

Les ondes plastiques fines observées à l'aide de l'extensométrie locale se corrèlent approximativement avec les ondulations à petite amplitude caractéristiques de la réponse globale de l'échantillon à la sollicitation : ces dernières sont distinguables sur les courbes contrainte-temps mesurées avec une précision suffisante ou, encore plus aisément, sur leurs dérivées temporelles. Une telle corrélation est tout d'abord mise en évidence par la comparaison visuelle de l'évolution de la dérivée de la contrainte $\dot{\sigma}(t)$ et des cartes de la vitesse de déformation locale. Par ailleurs, elle est confirmée quantitativement par la comparaison de la transformée de Fourier du signal $\dot{\sigma}(t)$ et de celle de la vitesse de déformation locale pour un extensomètre unitaire $\dot{\epsilon}_i(t)$. Bien que les résultats obtenus n'infirment pas entièrement l'approche commune qui attribue tacitement ces ondulations au bruit expérimental, on peut toutefois noter plusieurs observations qualitatives qui mettent en évidence l'origine physique des comportements à petite échelle :

- Les ondes plastiques sont surtout évidentes juste après la transition élastoplastique mais le comportement intermittent devient dominant plus tard.
- La transformée de Fourier du signal $\dot{\sigma}(t)$ pour des échantillons de dimensions différentes, déformés à des vitesses de déformation différentes pour $\dot{\epsilon}_a \geq 1 \times 10^{-4} s^{-1}$ révèle une similitude entre les fluctuations de contrainte, ce qui se traduit par une remise à l'échelle intrinsèque des fréquences afin d'accommoder la déformation imposée par la vitesse de déformation appliquée.
- En même temps, quand la vitesse de déformation appliquée est réduite fortement ($\dot{\epsilon}_a = 2,1 \times 10^{-5} s^{-1}$), la transformée de Fourier révèle une transition entre ce comportement oscillatoire caractérisé par des harmoniques précises et un comportement non oscillatoire qui produit un spectre large (quasi-continu). Cette transition qualitative vers la suppression des corrélations temporelles peut s'expliquer par une homogénéisation effective de l'hétérogénéité de la déformation plastique, c'est-à-dire de l'incompatibilité entre les déformations locales qui maintient les corrélations spatio-temporelles.
- L'analyse statistique de la taille des événements acoustiques prouve que leur distribution obéit à une loi puissance qui met en évidence l'auto-organisation des dislocations suivant une dynamique critique.

L'observation de la disparition des corrélations oscillatoires entre les déformations locales quand la sollicitation devient très lente permet d'avancer la conjecture suivante : le couplage spatial dans le matériau déformé est gouverné par les contraintes internes dues aux

incompatibilités de déformation locale, dans la mesure où le degré de corrélation est contrôlé par un équilibre dynamique entre une hétérogénéité de la déformation constamment renouvelée, et une homogénéisation de la déformation due à la relaxation des contraintes internes. Cette hypothèse sur l'origine du couplage spatial est essentielle afin de formuler un modèle capable de reproduire la persistance de la propagation des bandes de déformation macroscopiques dans les aciers TWIP.

Cette hypothèse présente également un intérêt dans un cadre plus général concernant les mécanismes de couplage dans des matériaux dont les mécanismes de déformation peuvent être différents. En effet, les comportements à l'échelle fine décrits ci-dessus ressemblent aux observations récentes réalisées sur d'autres matériaux [RIC06b, WEI07, FRES09, MUD11, BOUG11]. Bien que les mécanismes sous-jacents à l'hétérogénéité de la déformation plastique soient encore mal compris à cette échelle, l'ensemble de ces observations permet de supposer qu'ils doivent être de nature purement dynamique, et indépendants des mécanismes particuliers caractérisant la plasticité d'un matériau étudié.

3.4.2. Echelle macroscopique

La seconde échelle concerne l'instabilité macroscopique caractérisant les courbes de déformation de ces aciers. Cette instabilité plastique relative à la propagation des bandes de déformation est gouvernée par un mécanisme spécifique aux aciers TWIP. Plusieurs faits expérimentaux distinguent la déformation hachurée observée dans le présent acier TWIP de l'effet PLC qui est souvent utilisé pour expliquer la survenue de l'instabilité plastique dans les aciers TWIP : le caractère persistant de la propagation des bandes de déformation qui est observé jusqu'à plus de deux ordres de grandeur de vitesse de déformation appliquée, la forme persistante des courbes de déformation qui est cohérente avec le mode de propagation des bandes, et la distribution statistique de l'émission acoustique qui est caractérisée par un exposant critique similaire à ce que l'on trouve pour le maclage et/ou le glissement des dislocations dans les matériaux purs, mais bien inférieur à la valeur trouvée pour un alliage d'AlMg qui présente l'effet PLC. Ces différences prouvent que le mécanisme classique du vieillissement dynamique ne peut pas expliquer pleinement ce phénomène. Toutefois, la présence de carbone est essentielle pour l'apparition de l'instabilité, comme cela a été discuté dans [BOUA11].

Afin de prendre en compte ces différents aspects, on suppose que le mécanisme de l'instabilité plastique dans les aciers TWIP inclut une interaction entre le glissement des dislocations et le maclage ainsi qu'une interaction des atomes de soluté avec à la fois les dislocations et les macles. Cette conjecture implique que les macles peuvent contribuer à l'adoucissement répétitif du matériau, associé avec la formation des bandes de déformation. Bien que l'effet de durcissement causé par les joints de macle soit principalement discuté dans la littérature de ces dernières années sur les aciers TWIP [BOUA11, ALL08], l'effet d'adoucissement du maclage est également connu. En particulier, l'adoucissement a été détecté juste après l'apparition du maclage dans un alliage CuSn, alors que le durcissement est devenu dominant à de plus grandes déformations [KRI80]. L'adoucissement du matériau dans la région maclée peut être la conséquence d'au moins deux facteurs. Premièrement, le réseau cristallin à l'intérieur des macles peut être aligné favorablement pour le glissement des dislocations [REE73b]. D'autre part, la présence des macles crée des concentrations de contrainte à cause de leurs interactions avec des joints de grains ou avec d'autres macles (dans les plans séquentiels). Par conséquent, les macles peuvent promouvoir la propagation de la déformation plastique, en émettant à la fois des dislocations parfaites et partielles, résultant alors en la propagation du maclage et du glissement des dislocations à l'intérieur de l'échantillon [ALF08]. De ce point de vue, la nécessité du carbone n'implique pas que le mécanisme de vieillissement dynamique, c'est-à-dire l'épinglage des dislocations par les atomes de soluté, est une cause directe de l'instabilité plastique. Une autre conséquence d'une telle gêne au glissement des dislocations peut être l'initiation du maclage [ALL11]. Il faut en effet souligner que le maclage n'a pas été observé dans des aciers binaires FeMn sans carbone avec de faibles énergies de faute d'empilement, comme précisé dans [BOUA11].

Ce concept général s'accorde avec quelques hypothèses discutées dans la littérature sur le rôle du maclage dans le phénomène d'instabilité plastique. En particulier, les auteurs de [LEBE09] ont suggéré deux mécanismes dont l'un considère que l'instabilité peut être due au maclage seul. En effet, le maclage initié dans un grain peut entraîner la nucléation de macles dans les grains voisins et conduire à une instabilité à caractère propageant. Cette hypothèse est conforme, par exemple, avec les mesures de l'EA dans un alliage Cu-Ge [VIN03]. Elle a aussi été considérée théoriquement dans un article très récent sur le maclage dans un alliage de Mg [BARN13]. Néanmoins, comme précisé dans le chapitre 1, les estimations de la fraction volumique des macles dans l'acier TWIP prouvent que le maclage seul ne suffit pas pour expliquer la déformation due aux instabilités [ALL04]. Une hypothèse alternative considère

que l'effet TWIP peut modifier le comportement de l'effet PLC. De ce point de vue, les résultats sur la détermination de la déformation critique pour l'apparition des premières instabilités plastiques sont essentiels. Les données obtenues indiquent que l'instabilité plastique n'est pas caractérisée par un déclenchement abrupt : elle démarre avec une petite hétérogénéité de déformation faiblement visible et se développe en des bandes de déformation prononcées accompagnées de fluctuations de contrainte. Cette observation évoque le mécanisme de l'effet PLC proposé dans [KOR81] qui est une alternative au vieillissement dynamique habituellement considéré. Il suppose que dans des conditions de faible glissement dévié, la planéité du glissement induit la formation d'empilements de dislocations dont le désancrage peut conduire à des chutes de contrainte. L'instabilité commencerait pratiquement au début de la déformation plastique et se développerait dans la mesure où la puissance des empilements des dislocations augmenterait progressivement avec l'écroutissage au cours de l'essai. Il est évident qu'un tel mécanisme ne peut pas expliquer l'apparition brusque de l'effet PLC, notamment dans le cas du type C. En même temps, il a été appliqué, par exemple, pour interpréter le développement graduel de l'instabilité plastique dans un alliage de Mg [TRO07].

En conclusion, on peut supposer que des études de la microstructure pendant le stade initial de l'écoulement instable, c'est-à-dire lors du développement des premières bandes de déformation, peuvent apporter un point clé à la compréhension de ce phénomène, comme par exemple des informations sur le développement du maillage (localisé ou bien réparti de manière homogène dans l'échantillon). On notera également que le rôle des macles peut aussi être mis en lumière au travers d'une étude comparative de la déformation plastique des aciers TWIP en traction et en compression, qui pourrait promouvoir l'activation de différents systèmes de maillage (voir [KRI80]). Une autre piste consistera en une étude de l'effet de température, en raison de ses effets combinés sur le maillage et la diffusion des atomes de soluté.

4. Etude de la déformation plastique du titane- α commercialement pur

Ce chapitre a pour objectif de caractériser l'anisotropie mécanique du titane commercialement pur et en particulier son taux d'érouissage dans des conditions de traction. Bien que le titane et ses alliages soient de plus en plus utilisés dans l'industrie, notamment aéronautique et biomédicale, il reste de nombreux points d'ombre concernant les mécanismes responsables de leur déformation. Le comportement mécanique du titane- α commercialement pur en particulier soulève de nombreuses interrogations. Comme nous l'avons vu au chapitre 1, son comportement, et celui des matériaux hexagonaux en général, est souvent interprété du point de vue du maillage. Toutefois, plusieurs points de discordance apparaissent quant au rôle du maillage et aux mécanismes responsables des variations du taux d'érouissage, observées en particulier lors d'essais de compression. L'érouissage est en effet décrit par un comportement en trois stades, le début du stade B étant généralement associé à l'initiation du maillage [SAL02]. Ce comportement en trois stades a récemment été identifié lors d'essais de traction du titane commercialement pur [BEC13]. Le phénomène observé est toutefois relativement faible, dans la mesure où le taux d'érouissage ne s'accroît pas lors du stade B mais continue à diminuer avec une pente plus douce par rapport au stade A. Cependant, en compression comme en traction, ces auteurs observent un stade A caractérisé par une chute abrupte du taux d'érouissage. S'ils l'associent dans ces deux études au régime habituel de restauration dynamique observé dans les métaux à forte énergie de faute d'empilement, cela pourrait également être la conséquence du vieillissement statique des dislocations par les atomes de soluté [FRI64], c'est-à-dire du phénomène de Piobert-Lüders.

Ce chapitre a pour objectif de caractériser l'anisotropie mécanique du titane commercialement pur et en particulier son taux d'érouissage dans des conditions de traction. Le recours à une géométrie d'éprouvettes plates découpées pour des essais de traction rend par ailleurs possible les mesures simultanées d'extensométrie locale à haute résolution à l'aide de la caméra CCD. Cette technique permettra notamment de vérifier la conjecture du vieillissement statique des dislocations pour expliquer le stade A, dans la mesure où ce mécanisme est associé à la propagation d'une bande localisée de déformation.

Etant donné que la propension du matériau au maillage est fortement dépendante de la texture cristallographique des matériaux hexagonaux, les essais sont réalisés sur des échantillons dont l'axe de traction est parallèle à deux directions différentes : la direction de laminage, notée

DL et la direction transverse notée DT, comme cela a été défini au chapitre expérimental. Dans l'ensemble de ce chapitre, on fera référence aux « échantillons DL » et aux « échantillons DT » pour désigner les échantillons possédant leur direction de traction parallèle à l'une ou l'autre des directions.

Le chapitre est divisé en trois parties. Dans un premier temps, le comportement mécanique du matériau sera détaillé en présentant les résultats des essais de traction et d'extensométrie locale. La seconde partie sera consacrée à la formulation de l'hypothèse concernant le mécanisme contrôlant l'écroutissage. Enfin la troisième partie consistera en l'analyse des traces de glissement dans notre matériau, afin de vérifier l'hypothèse émise. Des conclusions générales cloront ce chapitre.

4.1. Etude du comportement mécanique

4.1.1. Résultats des essais de traction

Des essais de traction ont été réalisés sur des échantillons de titane- α commercialement pur dont la préparation est décrite à la section 2.4.1. Pour rappel, ces échantillons ont une taille de grains moyenne d'environ 9 μm et présentent une texture initiale de laminage à froid typique pour le titane avec les plans de base inclinés à $\pm 30^\circ$ de la direction normale vers la direction transverse. Entre deux et quatre échantillons de chaque orientation ont été testés à chaque vitesse de déformation et toujours à température ambiante (voir 2.5.2). Les courbes de traction affichent une bonne reproductibilité, comme le montre la Figure 4-1.

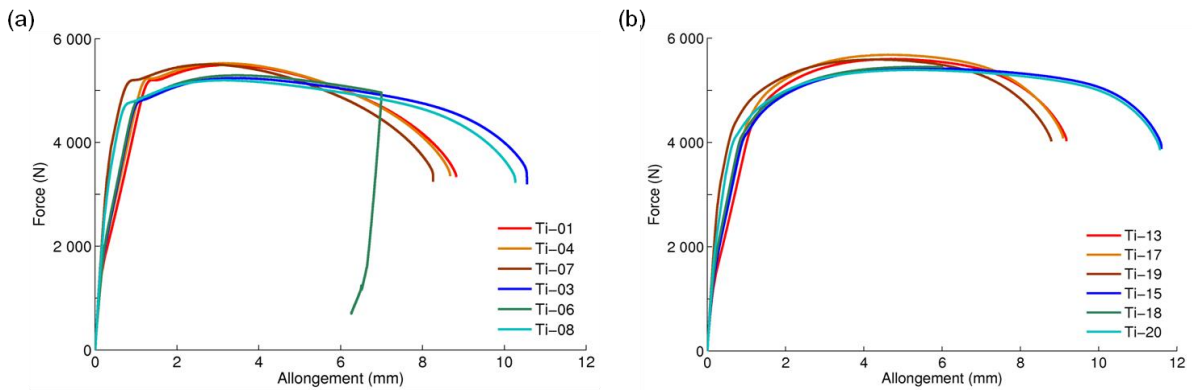


Figure 4-1. Evolution de la force en fonction de l'allongement $F(\Delta L)$ pour des échantillons (a) DT, (b) DL testés à deux vitesses de déformation différentes. Les courbes de trois échantillons déformés dans les mêmes conditions sont superposées pour deux vitesses de déformation. Les trois nuances de rouge se réfèrent à la vitesse $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$; les nuances de bleu à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$.

La force est tracée en fonction de l'allongement du système {machine-échantillon} donné par le déplacement de la traverse. Cela permet de comparer tous les échantillons testés dans les mêmes conditions de vitesse de déformation, certains ayant été déformés en présence de l'extensomètre mécanique, d'autres non (lors de l'utilisation de la caméra CCD).

Les mesures réalisées avec l'extensomètre mécanique permettent de caractériser les propriétés mécaniques propres du matériau, en s'affranchissant de la rigidité de la machine de traction. Compte-tenu de la reproductibilité des essais visible sur la Figure 4-1, ces mesures n'ont été réalisées que sur un échantillon de chaque orientation, aux deux vitesses présentées sur cette figure, ainsi qu'à une vitesse supplémentaire, inférieure d'un ordre de grandeur à la plus basse des deux (voir Figure 4-2).

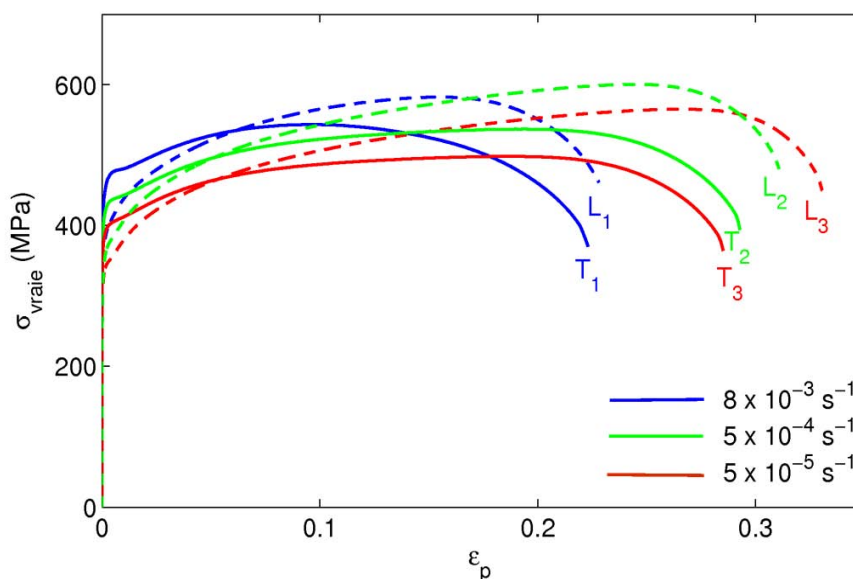


Figure 4-2. Evolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation plastique vraie des échantillons de titane testés en traction aux différentes vitesses de déformation. L et T se réfèrent aux échantillons déformés selon la direction de laminage et selon la direction transverse, respectivement. Les indices 1 à 3 font référence à la vitesse de déformation appliquée.

L'allongement mesuré par l'extensomètre mécanique a permis de tracer les courbes de traction $\sigma_{\text{vraie}}-\varepsilon_{\text{vraie}}$ selon la procédure décrite à la section 2.1.3 et d'évaluer les modules d'Young E_{DL} et E_{DT} à partir des pentes élastiques. Les calculs donnent une valeur de $109,5 \pm 2,5$ GPa pour les échantillons DT et de $103,7 \pm 2,8$ GPa pour les échantillons DL, sans dépendance notable à la vitesse de déformation appliquée. Ces valeurs sont en accord avec les données de la littérature pour des polycristaux de Ti. Elles sont également cohérentes avec l'anisotropie élastique relevée pour les monocristaux de titane pur [FIS64]. En effet cet article indique un module élastique de 100 GPa pour les directions principales du plan basal, et 145 GPa dans la direction de l'axe c. Un module d'Young plus élevé pour les échantillons DT semble donc logique puisqu'une part plus importante de grains ont leur axe c plus proche de l'axe de traction que dans le cas des échantillons DL (voir la texture initiale de notre matériau Figure 2-10).

Les valeurs des modules d'Young ont permis de déterminer la déformation élastique ε^e et de ne conserver que la déformation plastique ε^p (voir équation 4-1) pour la représentation de nos courbes (Figure 4-2).

$$\varepsilon^p = \varepsilon - \varepsilon^e \text{ avec } \varepsilon^e = \frac{\sigma}{E}$$

où : ε est la déformation totale vraie de l'échantillon

σ est la contrainte vraie (MPa)

E est le module d'Young (MPa)

Par ailleurs, la limite élastique a été déterminée dans chaque cas en considérant la limite conventionnelle déterminée à 0,2 % de déformation plastique. Les courbes de traction de la Figure 4-2 révèlent des propriétés mécaniques très intéressantes, caractérisées par des différences importantes entre les deux orientations.

On peut visuellement relever plusieurs premiers points :

- La limite d'élasticité est plus grande pour les échantillons DT
- Les échantillons DL présentent une contrainte limite à la traction supérieure
- Les échantillons DL sont plus ductiles que les échantillons DT

Disposant des propriétés mécaniques du matériau à partir des tests réalisés à différentes vitesses de déformation $\dot{\varepsilon}_a$, nous avons étudié la sensibilité de la limite élastique à la vitesse de déformation, comme le montre la Figure 4-3.

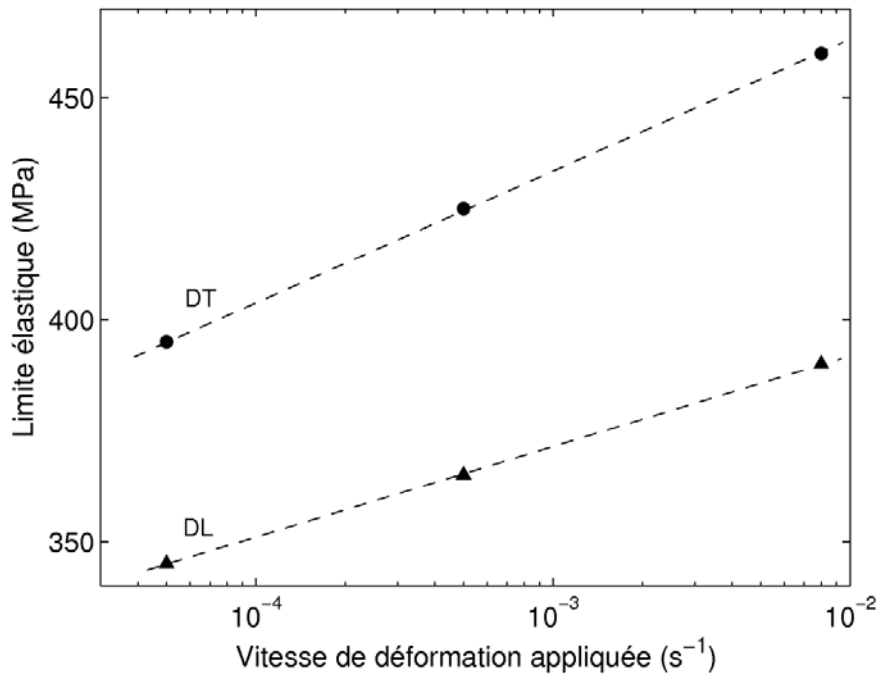


Figure 4-3. Limite élastique en fonction de la vitesse de déformation appliquée. Les vitesses de déformations sont égales à $5 \times 10^{-5} s^{-1}$, $5 \times 10^{-4} s^{-1}$ et $8 \times 10^{-3} s^{-1}$. Les échantillons DT et DL sont représentés par des ronds et des triangles, respectivement.

Cette figure permet de vérifier une des observations faites à partir de la Figure 4-2, à savoir que les échantillons DT présentent une limite élastique plus élevée que les échantillons DL, en accord avec les données trouvées dans la littérature [MUR12, NIX10]. La représentation en coordonnées semi logarithmiques révèle une dépendance linéaire de la limite élastique à la vitesse de déformation appliquée pour laquelle les trois points expérimentaux de chaque orientation sont parfaitement alignés. Un tel comportement est usuellement relié au mouvement thermiquement activé des dislocations (voir chapitre 1) et est donc cohérent avec les données qui indiquent que le maclage ne commence qu'après l'accumulation d'une certaine déformation plastique [SAL02, SAL03, SAL06], de telle manière que la limite élastique doit être déterminée par le mécanisme des dislocations.

On remarque sur la Figure 4-3 que les pentes des droites ne sont pas égales pour les deux orientations : la limite élastique des échantillons DT croît plus rapidement que celle des échantillons DL lorsque la vitesse de déformation augmente. En prenant en compte la différence de valeurs assez importante entre les échantillons DT et DL, on peut supposer que les systèmes de glissement qui gouvernent le début de la plasticité sont différents d'une

orientation à l'autre, et que la sensibilité à la vitesse de déformation est donc différente selon les systèmes activés.

L'observation attentive des courbes de déformation nous a amené à faire de nouvelles constatations :

- Les courbes ont un aspect assez lisse ; la contrainte d'écoulement semble donc évoluer de manière homogène, ce qui laisse penser que le matériau se déforme de manière macroscopiquement homogène jusqu'à la striction.
- La forme des courbes de déformation présentées sur la figure ci-dessus témoigne du caractère en trois stades de la déformation du titane commercialement pur en traction, bien que ce comportement soit moins prononcé par rapport aux données de compression présentées dans le chapitre bibliographique. En particulier, on voit que toutes les courbes de déformation des échantillons DT présentent une région relativement plane après la transition élastoplastique, suivie par une augmentation assez abrupte de la contrainte (voir Figure 4-2). Cette caractéristique est plus particulièrement visible à la plus grande vitesse de déformation, sur la courbe de l'échantillon T₁, où on peut l'assimiler à un « plateau », comme le montre la Figure 4-4 qui est un agrandissement de la Figure 4-2. Elle devient ensuite moins prononcée lorsque $\dot{\epsilon}_a$ diminue.

Les courbes de déformation des échantillons DL montrent quant à elles un comportement quasiment monotone, bien qu'une légère tendance à former des stades similaires peut être également détectée en regardant plus attentivement.

- Bien que la limite élastique des échantillons DL est plus faible que celle des échantillons DT, leur contrainte d'écoulement devient rapidement plus grande que pour ces derniers, traduisant ainsi un plus fort taux d'écrouissage.

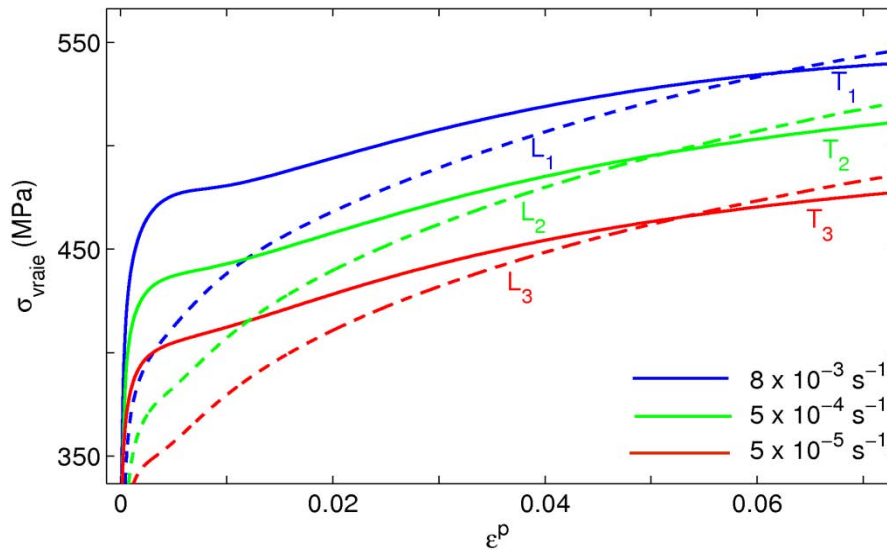


Figure 4-4. Agrandissement d'une partie de la Figure 4-2.

On notera par ailleurs que le début de la striction est cohérent avec les prédictions du critère de Considère [CON85] $\sigma = \Theta$, représenté pour chaque courbe sur la Figure 4-5. Cette figure présente l'évolution du taux d'érouissage Θ en fonction de la contrainte vraie σ pour les deux orientations et aux trois vitesses de déformation.

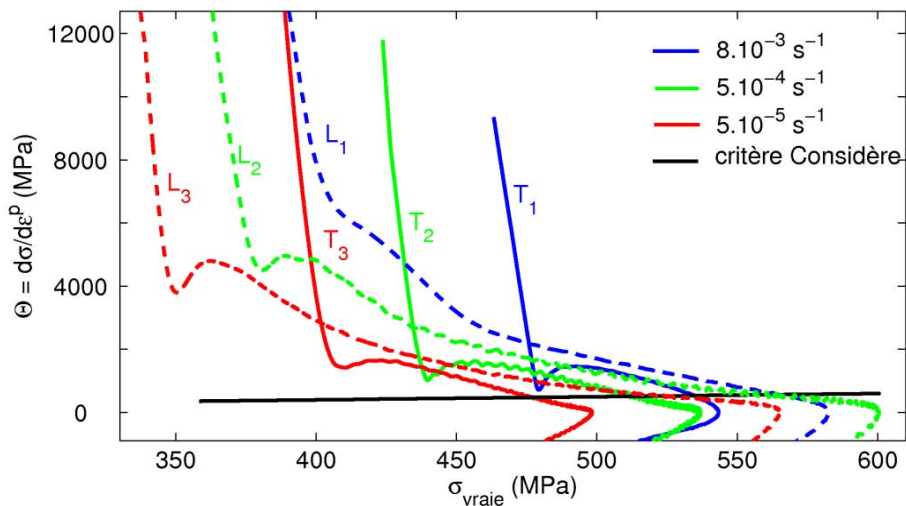


Figure 4-5. Evolution du taux d'érouissage instantané Θ en fonction de la contrainte pour des échantillons DL et DT testés aux différentes vitesses de déformation appliquées. La droite noire représente l'application du critère de Considère.

Cette figure permet de mettre en valeur le comportement en trois stades évoqué précédemment. Comme pour les essais de compression décrits dans la littérature [SAL02, SAL03, SAL06], on retrouve le stade A caractérisé par un taux d'écroissage Θ décroissant, suivi du stade B qui affiche une claire augmentation de Θ (à l'exception de la courbe L_1 qui présente seulement une rupture de la pente décroissante et un adoucissement de celle-ci) et finalement le stade C se traduit par une nouvelle diminution de Θ .

Ce type de représentation permet de pouvoir comparer le taux d'écroissage de différents matériaux (à condition de normaliser le taux d'écroissage et la contrainte par le module de cisaillement). Cependant, on préférera ici représenter le taux d'écroissage en fonction de la déformation plastique plutôt qu'en fonction de la contrainte, comme le montre la Figure 4-6. Cette figure met en effet davantage en valeur les différences de comportement observées entre les deux orientations, et cela facilite de plus les interprétations du point de vue de l'évolution de la déformation du matériau au cours de l'essai.

La Figure 4-6 représente donc l'évolution du taux d'écroissage Θ en fonction de la déformation plastique ε^p pour les deux orientations et aux trois vitesses de déformation.

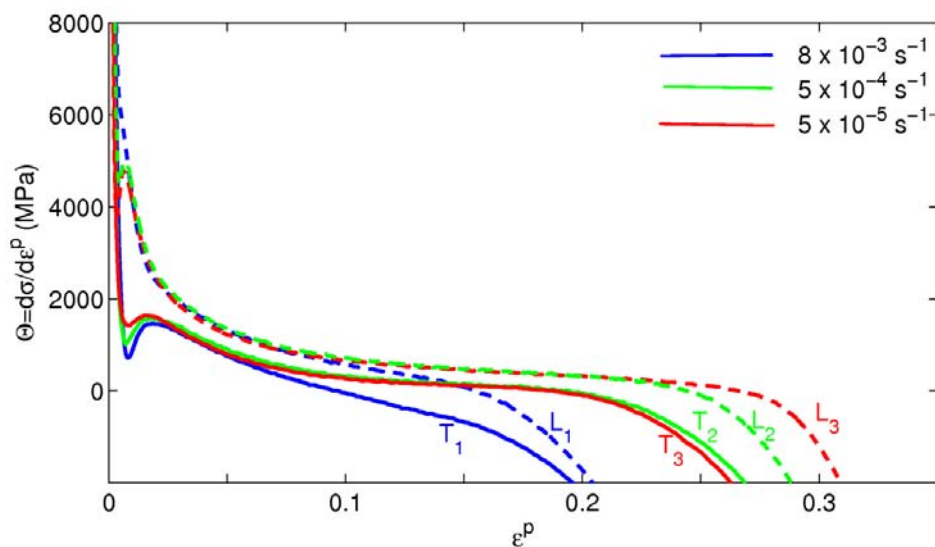


Figure 4-6. Evolution du taux d'écroissage Θ en fonction de la déformation plastique ε^p , pour les échantillons DL et DT (notés L et T, respectivement) testés aux différentes vitesses de déformation.

Cette courbe permet de souligner la similarité du comportement global des échantillons DL et DT. En effet, après l'atteinte d'un maximum, le taux d'écroissage décroît (stade C) et les courbes d'écroissage deviennent virtuellement parallèles entre les deux orientations à chaque vitesse de déformation, jusqu'à l'atteinte de la striction. Cela laisse penser que la différence

de valeur de Θ observée entre les échantillons DL et DT ne peut pas être révélatrice d'un changement de mécanisme de plasticité entre les deux orientations.

Le taux d'érouissage Θ apparaît effectivement clairement plus élevé pour les échantillons DL que pour les échantillons DT et ce pour toutes les vitesses de déformation et pendant tout l'essai, excepté aux très petites déformations correspondant à la transition élastoplastique, où toutes les courbes sont très proches les unes des autres.

La Figure 4-7 présente un agrandissement de la Figure 4-6 depuis le début de l'essai jusqu'à une déformation plastique de 0,05.

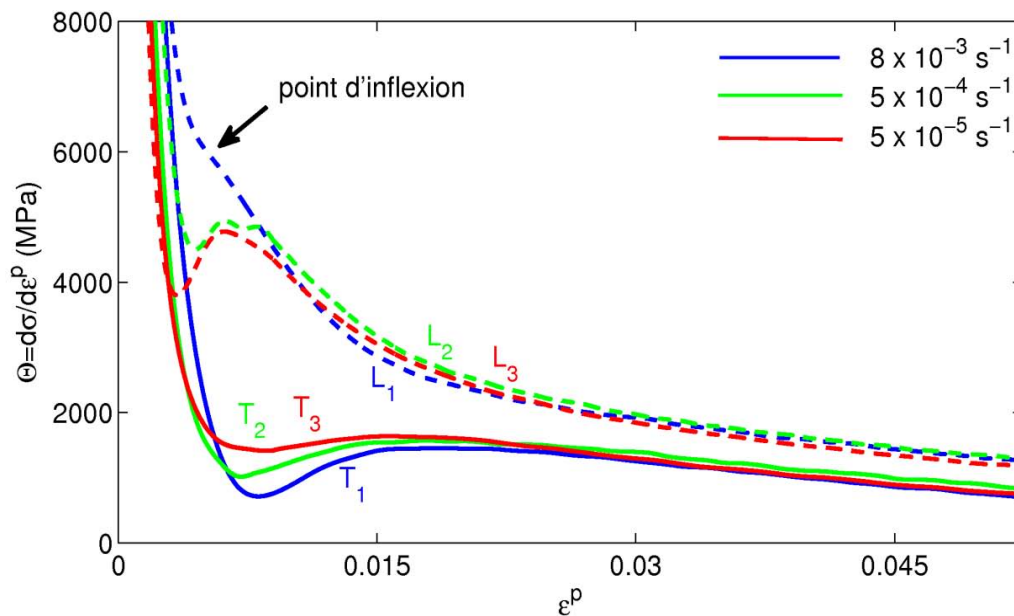


Figure 4-7. Evolution du taux d'érouissage Θ en fonction de la déformation plastique ε^p au début de la déformation – agrandissement de la Figure 4-6.

Cette figure nous apprend ou confirme plusieurs choses :

- $\Theta_{DL} > \Theta_{DT}$ pendant tout l'essai
- On distingue clairement les trois stades de déformation : le stade A est plus prononcé pour les échantillons DT, et notamment à $\dot{\varepsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$, ce qui correspond au « plateau » visible sur la courbe de traction de l'échantillon T_1 , (voir Figure 4-4). L'amplitude de déformation du stade B est plus grande pour les échantillons DT que

pour les échantillons DL. Les stades B et C sont initiés à une plus faible déformation pour les échantillons DL que pour les échantillons DT.

- L'observation la plus frappante est sans doute l'influence de la vitesse de déformation qui est opposée entre les deux orientations. En effet, si les stades A et B sont les plus marqués à la plus grande vitesse de déformation et les moins marqués à la plus faible vitesse de déformation pour les échantillons DT, l'effet inverse a lieu pour les échantillons DL. Bien que pour ces derniers, ces deux stades sont moins accentués que pour les échantillons DT, ils en présentent tout de même toutes les caractéristiques, même à la plus grande vitesse de déformation pour laquelle une inflexion de la courbe d'érouissage est visible à une déformation de 0,006, marquant la transition entre le stade A et le stade B. On remarquera par ailleurs que ce point d'inflexion est aligné avec les maxima du stade B pour les vitesses de déformation $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-5} s^{-1}$, tout comme les maxima du stade B sont alignés pour les échantillons DT à une déformation de 0,016 environ.
- Les minima du stade A sont décalés sur l'axe des déformations plastiques, selon la vitesse de déformation appliquée $\dot{\epsilon}_a$. On voit en effet que plus $\dot{\epsilon}_a$ est élevée, plus la position du minimum du stade A est décalée vers une déformation plastique élevée. Cela est valable pour les deux orientations, le phénomène étant toutefois plus amplifié pour les échantillons DL.

Les trois stades sont donc bien identifiés dans les essais de traction, mais dans une moindre mesure par rapport à ce qui est observé en compression, la déformation accumulée pendant les stades A et B pouvant représenter près d'un quart de la déformation totale du matériau (voir [SAL06] et Figure 1-20), alors qu'elle ne concerne ici qu'une petite partie de la déformation plastique du matériau. Les résultats des essais de traction présentés dans cette section démontrent une claire anisotropie du comportement plastique du titane commercialement pur, dont les mécanismes responsables restent à éclaircir. Dans cette optique, les résultats des mesures d'extensométrie locale sont présentés dans le paragraphe suivant.

4.1.2. Résultats des mesures d'extensométrie locale

Des mesures d'extensométrie locale ont été réalisées simultanément avec les essais de traction afin d'avoir une information locale de la déformation de notre matériau. Les premiers résultats montrent que la déformation apparaît très homogène à l'échelle macroscopique jusqu'à la striction, comme les courbes de traction le laissent entrevoir. Une illustration de cela est proposée sur la Figure 4-8.

Cette figure présente l'évolution de la contrainte nominale en fonction du temps, parallèlement à la représentation spatio-temporelle de la vitesse de déformation locale pour l'échantillon DT Ti-01 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, ainsi que l'évolution des vitesses de déformations locales $\dot{\epsilon}_i(t)$. Cet échantillon en particulier est choisi car c'est celui qui présente le plateau le plus prononcé sur sa courbe de traction (voir la courbe T₁, Figure 4-4). En effet la vision de ce « plateau » pour l'échantillon T₁ de la Figure 4-4 pourrait laisser penser qu'il s'agit d'un plateau de Piobert-Lüders, comme on en trouve dans les aciers doux ou les alliages d'AlMg, et qui est associé à la propagation d'une bande de déformation.

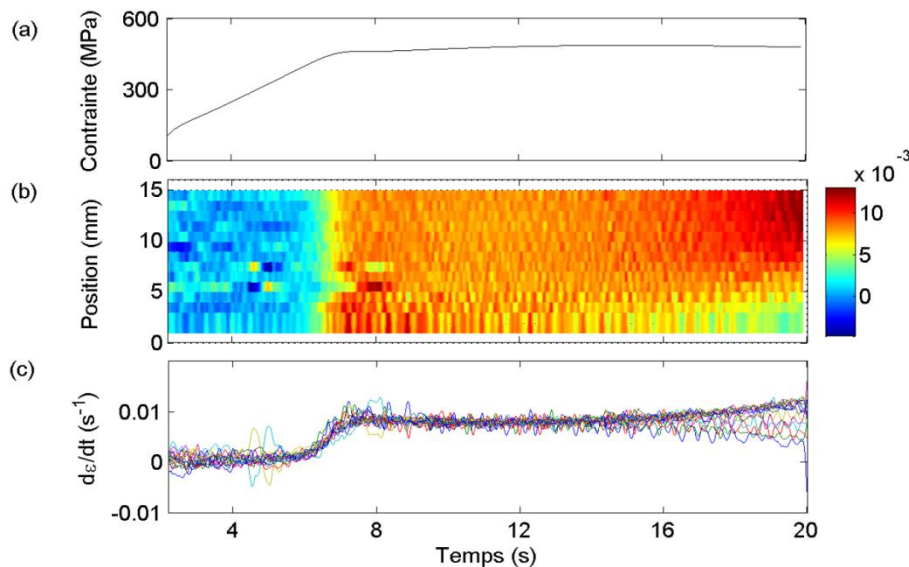


Figure 4-8. (a) évolution de la contrainte nominale en fonction du temps pour un échantillon DT déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$; (b) diagramme spatio-temporel de vitesse de déformation réalisé avec un lissage sur 100 points ; la barre de couleur rend compte de la vitesse de déformation locale (s^{-1}) ; (c) évolution de la vitesse de déformation locale de chaque extensomètre en fonction du temps.

On remarque sur la figure ci-dessus que le schéma spatio-temporel (Figure 4-8 (b)) décrit une tendance globale qui suit la progression de la courbe de traction. On voit en effet que la vitesse de déformation locale varie très peu lors de la déformation élastique avec des valeurs

proches de zéro (Figure 4-8 (c)). Cela peut s'expliquer par le fait que le dispositif expérimental a une rigidité relativement faible aux faibles contraintes, et que par conséquent, il supporte la plupart du déplacement imposé au début du test (voir par exemple [KAL97]). Lorsque la déformation plastique se développe dans l'échantillon, la contribution de l'échantillon devient dominante, et les valeurs de vitesse de déformation plastique mesurées par la caméra CCD augmentent pendant la transition élastoplastique jusqu'à une valeur proche de la vitesse de déformation imposée. On constate que l'initiation de la plasticité est quasi-instantanée sur l'ensemble du champ de vision de la caméra CCD. Cette constatation permet d'invalider la conjecture de l'occurrence de la propagation d'une bande de type Piobert-Lüders. En effet, on ne distingue pas ici de propagation d'un front de déformation plastique comme c'est le cas pour certains alliages présentant un vieillissement statique accompagné d'un plateau de Piobert-Lüders. Afin de mettre cela en évidence et pour la comparaison avec les résultats sur le titane, un essai similaire a été réalisé sur une éprouvette d'AlMg qui manifeste le phénomène de Piobert-Lüders. Dans ce cas, la carte spatio-temporelle présente une bande de Piobert-Lüders correspondant au plateau sur la courbe de déformation, suivi d'une série des bandes PLC (voir Figure 4-9).

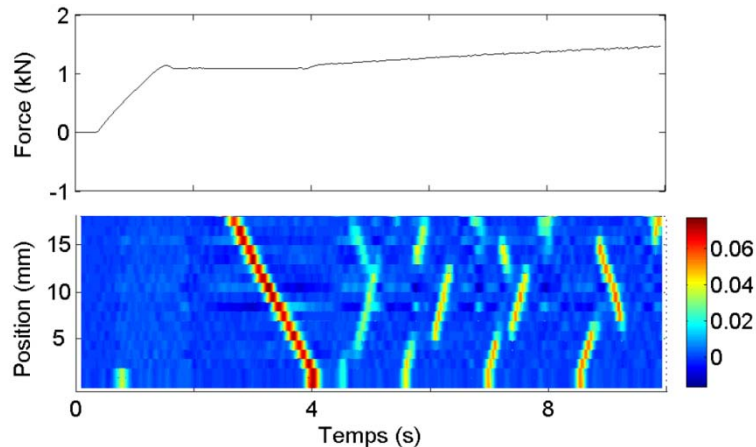


Figure 4-9. (a) courbe de déformation d'un alliage AlMg déformé à $\dot{\epsilon}_a = 6 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. (b) carte spatio-temporelle de vitesse de déformation correspondante. La barre colorée donne les valeurs de vitesses de déformation locales (s^{-1}).

La Figure 4-8 témoigne donc de l'homogénéité de la déformation dans tout le matériau, et ce jusqu'à la striction qui se manifeste par une divergence des courbes $\dot{\epsilon}_i(t)$ en éventail (Figure 4-8 (c)) et la localisation de l'écoulement plastique (Figure 4-8 (b)). On observe un comportement global similaire pour tous les échantillons testés, à toutes les vitesses de déformation. L'occurrence du faible taux d'écrouissage lors du stade A ne peut donc pas être

attribué à une hétérogénéité de déformation sous la forme d'une bande de déformation qui se propage.

De la même manière que dans le cas de l'acier TWIP (voir la section 3.3), une étude de l'écoulement du Ti à une échelle fine accessible grâce à la technique d'extensométrie locale a été commencée. Les premiers résultats ont révélé les nuances similaires à celles rapportées pour l'acier TWIP, comme illustré sur la Figure 4-10 qui accorde davantage d'attention à quelques variations de vitesse de déformation à petite échelle que l'on devine sur la Figure 4-8 (b), après la transition élastoplastique.

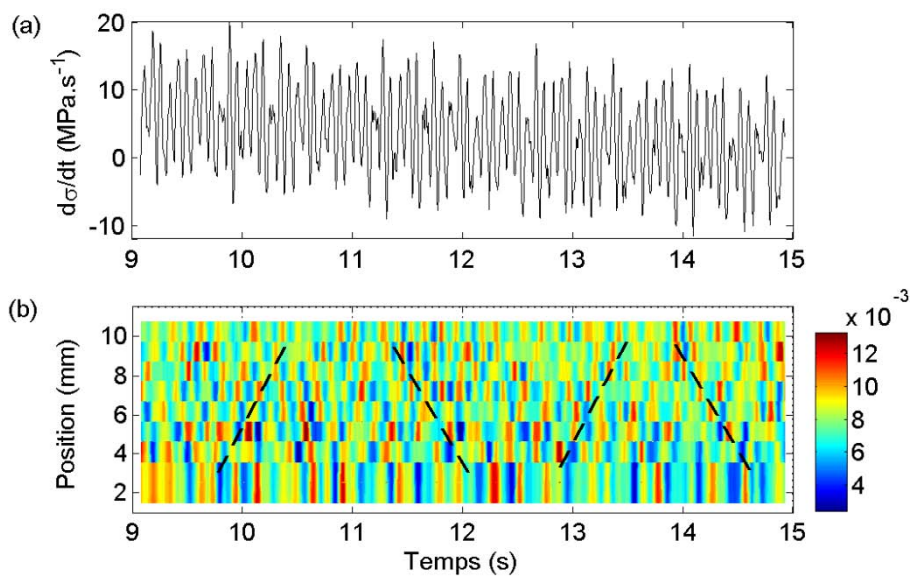


Figure 4-10. (a) évolution de la dérivée de la contrainte en fonction du temps de l'échantillon Ti-01 déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$. (b) carte spatio-temporelle de vitesse de déformation correspondante. La barre de couleur donne les valeurs de vitesse de déformation locale (s^{-1}).

On distingue sur cette figure des phénomènes ondulatoires réguliers qui semblent être corrélés à la périodicité des fluctuations de contrainte (ou sa dérivée) invisibles à l'échelle des Figure 4-2 et Figure 4-4. Rappelons également que ce schéma ondulatoire a déjà été observé dans plusieurs matériaux pour lesquels le glissement des dislocations est un mécanisme de déformation plastique dominant (monocristaux de Cu [FRES09], alliages AlMg [MUD11]). On retrouve là encore le même type de représentation pour les deux orientations aux différentes vitesses de déformation. Une analyse détaillée de la déformation plastique du Ti à cette échelle sera l'objet d'études futures.

4.1.3. Analyses de la microstructure

Des analyses EBSD des échantillons déformés viennent compléter ces premiers résultats. Les échantillons Ti_01 (DT) et Ti_13 (DL) ont été déformés à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$ jusqu'à la rupture, découpés (suffisamment loin de la zone de rupture) puis polis selon le protocole défini au chapitre expérimental. Ils ont ensuite été analysés en EBSD afin de connaître la fraction volumique de macles, déterminée par la méthode des interceptes comme cela a été décrit dans le chapitre expérimental. De même, les échantillons Ti_06 (DT) et Ti_18 (DL) ont été déformés à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$ jusqu'à la striction, l'essai a été interrompu avant la rupture à $\epsilon = 0,18$. La Figure 4-11 présente les cartes EBSD obtenues pour chacun de ces quatre échantillons.

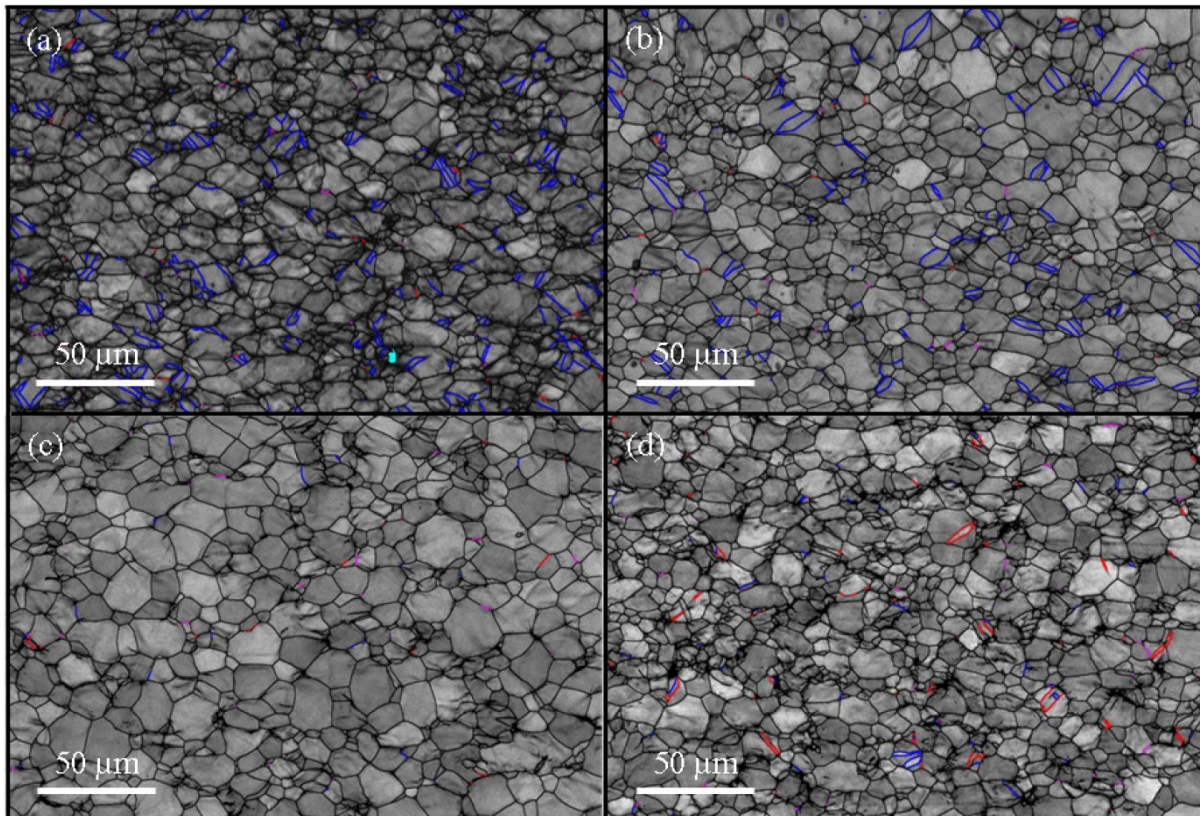


Figure 4-11. Cartes EBSD en contraste de bandes pour (a) l'échantillon Ti-06 (DT) déformé à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$ jusqu'à $\epsilon = 0,18$, (b) l'échantillon Ti_01 (DT) déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$ jusqu'à la rupture, (c) l'échantillon Ti_18 (DL) déformé à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$ jusqu'à $\epsilon = 0,18$ et (d) l'échantillon Ti_13 (DL) déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$ jusqu'à la rupture. Le pas d'indexation pour ces quatre cartes est de $0,25 \mu m$. Les macles de contraction $\{11\bar{2}2\}\langle 1123 \rangle$ sont repérées en rouge ; les macles d'extension $\{10\bar{1}2\}\langle \bar{1}011 \rangle$ sont repérées en bleu.

On remarque dans un premier temps que les échantillons DT présentent davantage de macles que les échantillons DL, bien que ces fractions restent tout de même faibles (voir Tableau 4-1).

| Vitesse de déformation (s^{-1}) | Orientation | Nom de l'échantillon | Fraction volumique de macles |
|-------------------------------------|-------------|----------------------|------------------------------|
| $8 \times 10^{-3} s^{-1}$ | DT | Ti-01 | 2,6 % T1 |
| | | | (-) C |
| | DL | Ti-13 | 0,2 % T1 |
| | | | 0,3 % C |
| $5 \times 10^{-4} s^{-1}$ | DT | Ti-06 | 5,7 % T1 |
| | | | (-) C |
| | DL | Ti-18 | (-) T1 |
| | | | (-) C |

Tableau 4-1. Résultats de l'analyse de la fraction volumique de macles obtenus pour les échantillons DT Ti-01, Ti-06 et laminage Ti-13 et Ti-18. T1 fait référence aux macles d'extension $\{10\bar{1}2\}\{\bar{1}011\}$; C fait référence aux macles de contraction $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$.

La présence des macles n'induit d'ailleurs pas de changement marquant de texture concernant les figures de pôle $\{0002\}$, comme le montre la comparaison de la Figure 4-12 et de la Figure 2-10. Comme cela avait été noté dans [BEC13], on note en revanche un début d'alignement des pôles $\{10\bar{1}0\}$ avec la direction de traction. Ces rotations de réseau sont a priori la conséquence du glissement cristallographique et semblent plus prononcées pour les échantillons DT que DL. Aucune macle d'extension de type T2 $\{11\bar{2}2\}\{11\bar{2}\bar{3}\}$ (voir chapitre 1 –1.4.2) n'est détectée. Le fait que les échantillons DT ne présentent que des macles d'extension est cohérent avec la texture initiale dans la mesure où une majorité de grains ont leur axe c proche de la direction de traction. De même, puisque ces grains ont leur axe $\langle c \rangle$ préférentiellement dirigé vers la direction DT, une traction parallèlement à DL entraînera une contraction de leur axe $\langle c \rangle$. Par conséquent, la présence de macles de contraction C en plus grand nombre (bien que très faible) que les macles d'extension T1 pour les échantillons DL est aussi cohérente avec la texture initiale. Pour les échantillons DL, on peut noter qu'une partie des macles d'extension est observée à l'intérieur des macles de contraction. Si l'on compare les résultats obtenus pour les deux vitesses de déformation, le fait que davantage de

macles soient retrouvées à la plus petite vitesse de déformation qu'à la plus grande pour les échantillons DT peut surprendre. Il faut cependant relativiser sur cette différence qui concerne de très petites fractions, l'ordre de grandeur restant le même. De plus, il faut également tenir compte du fait que l'échantillon Ti_01 a été analysé après la rupture, alors que la déformation de l'échantillon Ti_06 a été arrêtée juste après la striction ; cela pourrait avoir une influence sur les présents résultats. L'objectif de cette analyse était avant tout de pouvoir comparer les deux orientations en ayant un ordre de grandeur de la fraction volumique de macles dans nos échantillons. Il faut noter par ailleurs qu'une sous-estimation de la fraction volumique de macles est possible, d'une part en raison de la précision relative de la mesure par la méthode des interceptes, et d'autre part à cause de la possible non détection de très fines macles. Par exemple, Ghaderi et al. [GHA11] ont observé des macles dont l'épaisseur pouvait être inférieure à 1 μm . Cependant, notre estimation semble plutôt correcte compte-tenu du pas d'indexation de 0,25 μm .

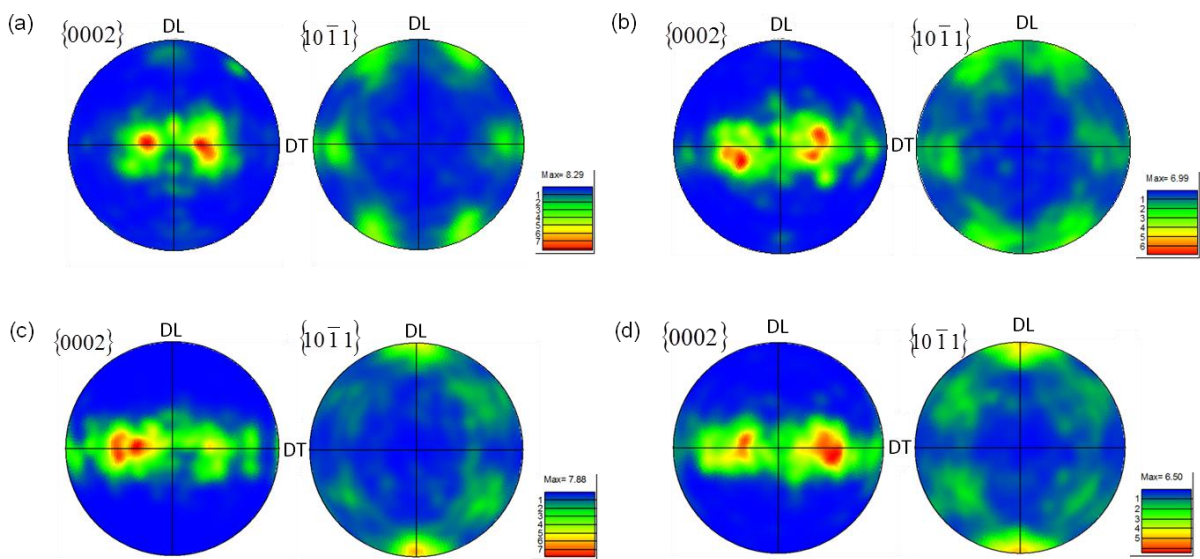


Figure 4-12. Figure de pôle pour (a) un échantillon DT déformé à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$, (b) un échantillon DT déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$, (c) un échantillon DL déformé à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ et (d) un échantillon DL déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$.

La faible fraction volumique de macle observée montre que le maclage ne peut être un mécanisme dominant dans la déformation en traction du titane commercialement pur étudié ici. Le glissement des dislocations reste donc prépondérant. Cela est en accord avec la dépendance linéaire de la limite élastique à la vitesse de déformation (voir Figure 4-3) qui témoigne d'un processus thermiquement activé. La différence de pente de cette dépendance

entre les deux orientations suggère que des systèmes de glissement différents peuvent être activés dès le début de la déformation. L'analyse des facteurs de Schmid, qui permet de déterminer les systèmes les mieux orientés initialement pour le glissement et le maclage selon la direction de traction, peut apporter davantage d'informations sur ce point. C'est l'objet de la section suivante.

4.1.4. Statistiques des facteurs de Schmid

Les valeurs de facteur de Schmid pour le glissement et le maclage sont calculées pour les deux axes de traction à partir d'une surface $984 \times 736 \mu\text{m}^2$ de la tôle de titane commercialement pur non déformée, ce qui représente plus de 600 grains. Etant donné que le glissement est bidirectionnel, la valeur absolue du facteur de Schmid maximal parmi l'ensemble des variantes d'une famille de systèmes de glissement est considérée dans l'analyse statistique.

Seuls les trois modes de glissement impliquant un vecteur de Burgers de type $\langle a \rangle$ qui sont supposés être plus faciles que le glissement $\langle c+a \rangle$ (voir par ex. [POT11, WAR12]) sont pris en compte dans la statistique:

- Les systèmes prismatiques $\{10\bar{1}0\}\{11\bar{2}0\}$
- Les systèmes basaux $\{0020\}\{11\bar{2}0\}$
- Les systèmes pyramidaux $\langle a \rangle\{10\bar{1}1\}\{11\bar{2}0\}$

Les distributions cumulées correspondantes sont représentées sur la Figure 4-13. Le grand nombre de grains analysés permet de choisir des intervalles de 0,01 assurant une description quasi-continue de la répartition des facteurs de Schmid.

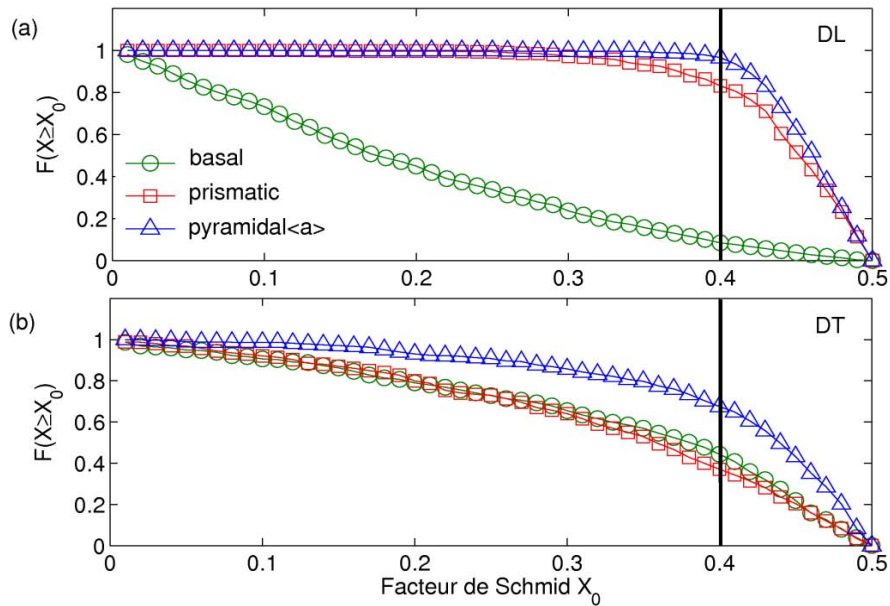


Figure 4-13. Distribution cumulée $F(X \geq X_0)$ des facteurs de Schmid maximaux de grains issus d'une carte EBSD d'un échantillon non déformé, considérant une direction de traction selon (a) DL et (b) DT. La représentation de la distribution est choisie de manière à ce que l'ordonnée d'un point X_0 donne la fraction de grains qui possède un facteur de Schmid d'une valeur X_0 ou supérieure. Les lignes verticales correspondent à la valeur seuil de 0,4 choisie comme exemple.

On constate que la texture initiale est favorable au glissement prismatique et pyramidal $\langle a \rangle$ mais exclut le glissement basal pour les échantillons DL. Par exemple, on voit que plus de 80 % des grains possèdent un facteur de Schmid supérieur à 0,4 pour le glissement prismatique et pyramidal $\langle a \rangle$, alors que le même critère pour le glissement basal n'est satisfait que dans moins de 10 % des grains. Bien que le seuil de 0,4 soit choisi arbitrairement, il caractérise clairement la texture car les pourcentages ne changent pas considérablement lorsque ce seuil varie. La situation est quelque peu différente pour les échantillons DT. En utilisant le même seuil de 0,4, environ 65 % des grains apparaissent bien orientés pour le glissement pyramidal $\langle a \rangle$ et plus de 35 % sont bien orientés à la fois pour le glissement basal et le glissement prismatique.

De la même manière, une analyse statistique des valeurs de facteur de Schmid est réalisée pour les systèmes de maclage (voir Figure 4-14). Etant donné que le maclage est unidirectionnel, les facteurs de Schmid positifs et négatifs sont pris en compte dans la statistique et des intervalles de 0,02 sont choisis.

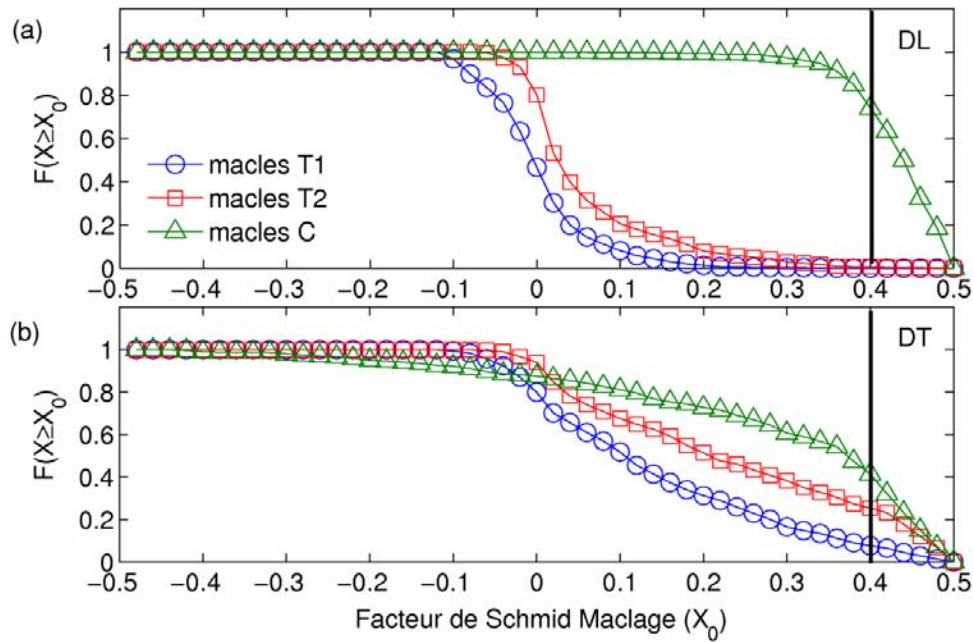


Figure 4-14. Distribution cumulée $F(X \geq X_0)$ des facteurs de Schmid maximaux pour le maillage de grains issus d'une carte EBSD d'un échantillon non déformé, considérant une direction de traction selon (a) DL et (b) DT. La représentation de la distribution est choisie de manière à ce que l'ordonnée d'un point X_0 donne la fraction de grains qui possède un facteur de Schmid pour le maillage d'une valeur X_0 ou supérieure. Les lignes verticales correspondent à la valeur seuil de 0,4 choisie comme exemple.

On voit d'après cette figure qu'aucun grain des échantillons DL n'est bien orienté pour la formation de macles d'extension T1, alors que quelques grains le sont dans les échantillons DT, bien que cela représente un très faible pourcentage (moins de 10 % ont un facteur de Schmid supérieur à 0,4).

La majorité des grains des échantillons DL et pratiquement la moitié des grains des échantillons DT sont favorablement orientés pour la formation de macles de contraction.

La répartition des valeurs de facteur de Schmid est en accord qualitativement avec les systèmes de maillage détectés expérimentalement (voir Figure 4-11). Elle ne permet cependant pas de faire de prédictions quantitatives. Par exemple, aucune macle de compression C ou d'extension T2 n'est observée pour les échantillons DT, bien que les facteurs de Schmid prédisent une grande fraction de grains bien orientés. Pour comprendre ces différences, il faut se rappeler que la nucléation des macles est un processus qui a une nature locale (voir [CAP09]), alors que les valeurs de facteur de Schmid sont calculées à partir de la contrainte macroscopique appliquée et des orientations du réseau initial, qui peuvent différer fortement des contraintes locales actuelles et des orientations locales du réseau au cours de la déformation. En conséquence, même si le maillage est principalement observé

dans des grains favorablement orientés pour l'apparition des macles, il se peut que des grains possédant un facteur de Schmid initialement défavorable soient tout de même maclés, et vice versa.

4.1.5. Synthèse des observations et discussion

Nous résumons ici les principaux résultats expérimentaux obtenus jusqu'à présent:

- Les observations microscopiques *post-mortem* d'échantillons déformés ont montré des disparités au niveau du maillage entre les deux orientations. Les échantillons DL présentent très peu de macles avec une fraction volumique inférieure à 0,5 % ; le maillage est clairement plus actif dans les échantillons déformés selon DT. (Figure 4-11). Cependant, même dans les échantillons DT, la fraction volumique de macles reste très faible et ne s'élève qu'à quelques pourcents. Cela diffère jusqu'à un ordre de grandeur de ce que l'on peut trouver dans la littérature pour les données en compression, généralement pour des tailles de grain quelque peu plus élevées, dans le même domaine de déformation [SAL03]. Si la déformation en traction est généralement considérée comme étant peu propice au maillage, ce n'est pas forcément une généralité. Par exemple, Li et al. ont réalisé des essais de traction selon la direction transverse d'échantillons de CP-Ti, présentant une texture légèrement plus faible que la nôtre, dans le même domaine de vitesse de déformation (10^{-3} s^{-1}) que les essais menés ici, et trouvent environ 10 % de macles d'extension T1 uniquement, dès 4 % de déformation [LI13]. Il faut toutefois souligner que leur matériau présente une taille de grain bien plus élevée (115 μm) que la nôtre (9 μm). Dans une autre étude sur du CP-Ti, des échantillons possédant une texture et une taille de grain similaires à ceux étudiés dans cette thèse, sont déformés en traction selon la direction de laminage [BEC13]. Les auteurs ont trouvé entre 5 et 8% de macles de contraction et entre 2 et 9 % de macles d'extension T1 à la striction. Il est cependant difficile de comparer nos résultats aux leurs, dans la mesure où leurs essais sont réalisés à de plus grandes vitesses de déformation (de $2,2 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ à $6,7 \times 10^{-1} \text{ s}^{-1}$) et que la composition chimique de leur titane est quelque peu différente de la nôtre.
- Les essais de traction révèlent une limite élastique plus élevée pour les échantillons DT que pour les échantillons DL (Figure 4-2 et Figure 4-3). Par la suite, la contrainte

d'écoulement augmente bien plus rapidement pour les échantillons DL, ce qui se traduit par un taux d'écrouissage Θ_{DL} considérablement plus élevé tout au long de la déformation que Θ_{DT} (Figure 4-7).

- On observe une déformation en trois stades dans le cadre des essais de traction, bien que cette tendance soit plus faible que celle observée par différents auteurs lors de tests de compression. Cependant, la tendance reste présente pour tous les échantillons testés, y compris les échantillons DL qui ne présentent quasiment pas de macles. Elle est plus prononcée pour les échantillons DT (Figure 4-6 et Figure 4-7).
- La vitesse de déformation appliquée $\dot{\epsilon}_a$ a un effet opposé sur la tendance à la déformation en trois stades selon l'orientation. En effet, on a vu que les échantillons DT présentent les stades A et B les plus prononcés lorsque $\dot{\epsilon}_a$ est la plus élevée, alors qu'ils sont au contraire les plus prononcés lorsque $\dot{\epsilon}_a$ est la plus faible pour les échantillons DL (Figure 4-7).
- La tendance à la déformation en trois stades ne concernant que le tout début de la déformation ($\epsilon^p < 2\%$), on observe pour la plus grande partie de l'essai, dès l'initiation du stade C, des courbes d'écrouissage virtuellement parallèles entre les deux orientations, à toutes les vitesses de déformation.
- Aucune propagation d'une bande de déformation n'est observée pendant le stade A. La technique d'extensométrie locale à haute résolution montre en effet que l'écoulement plastique commence simultanément dans l'ensemble de l'échantillon et se poursuit de manière très homogène jusqu'à la striction (Figure 4-8).

L'observation de courbes d'écrouissage parallèles pendant le stade C supporte directement l'idée généralement admise que, même dans le cas d'un matériau fortement maclé, ce sont les dislocations qui contribuent principalement à la déformation tandis que la contribution essentielle des macles est de réorienter le réseau cristallin et de créer une résistance au glissement des dislocations. Cette vue est également soutenue par la dépendance logarithmique de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation imposée, qui est

caractéristique d'un processus thermiquement activé comme le glissement des dislocations (Figure 4-3).

Par ailleurs, l'évolution observée de l'érouissage et notamment les différences relevées entre les deux orientations nous amènent à reconsidérer les quelques conjectures émises au début du chapitre. Tout d'abord, nous avons émis l'hypothèse que le faible taux d'érouissage observé au stade A pouvait être associé au phénomène de Piobert-Lüders causé par le vieillissement des dislocations par les atomes de soluté. L'observation d'un plateau visible sur les courbes de traction de nos échantillons DT aurait en effet pu suggérer la propagation d'une bande de Piobert-Lüders. Cependant, les résultats de l'extensométrie locale écartent cette possibilité.

A première vue, la tendance plus prononcée au comportement en trois stades et un maclage plus intense pour les échantillons DT sont cohérents avec la conjecture des références [SAL02, SAL03, SAL06] selon laquelle l'augmentation abrupte du taux d'érouissage lors du stade B serait dû à l'effet durcissant des macles, grâce à l'effet Hall-Petch dynamique et/ou à l'effet Basinski (voir le chapitre I). La comparaison des taux d'érouissage Θ entre les deux orientations invalide cependant cette conjecture dans le cas de nos essais. En effet, la relation $\Theta_{DT} < \Theta_{DL}$ est valable quelque soit le taux de déformation (Figure 4-7). De plus, il faut noter qu'en dépit de fractions volumiques de macles plus importantes que les nôtres, une plus faible tendance au comportement en trois stades en condition de traction est observée dans [BEC13]. Effectivement, pour tous les échantillons et toutes les vitesses de déformation, ces auteurs retrouvent un comportement similaire à ce qui est observé dans notre étude pour les échantillons DL déformés à la plus grande vitesse de déformation, c'est-à-dire une diminution de Θ pendant les trois stades, marquée par des inflexions de la courbe lors des transitions.

Il est en outre connu que le maclage peut également avoir un effet adoucissant en favorisant le glissement des dislocations à l'intérieur des macles suite à la réorientation du réseau cristallin (voir par ex. [SAL06]). Cependant, l'effet d'adoucissement susceptible d'être associé à la fraction volumique de macles relevé pour les échantillons DT semble difficilement pouvoir expliquer la différence de taux d'érouissage avec les échantillons DL. De plus, il faut souligner que la relation $\Theta_{DT} < \Theta_{DL}$ est valable partout, y compris dans l'intervalle de déformation avant le stade B, c'est-à-dire avant le début supposé du maclage.

Enfin, les effets supposés des macles n'expliquent pas l'inversion du signe de l'effet de la vitesse de déformation sur l'érouissage en trois stades, selon l'orientation de l'axe de traction. Il est donc probable que les macles ne jouent qu'un rôle secondaire dans la déformation en traction de nos échantillons DT et DL.

4.2. Mécanisme contrôlant l'écrouissage : hypothèses

Les résultats expérimentaux obtenus ne permettent donc de valider ni la conjecture du maillage, ni celle du vieillissement des dislocations comme mécanismes contrôlant l'anisotropie DL/DT et l'écrouissage en trois stades du titane commercialement pur déformé en traction.

Un mécanisme alternatif basé uniquement sur le glissement des dislocations semble donc être une possibilité. La valeur systématiquement plus élevée de la limite élastique selon DT, ainsi que l'observation de sensibilités de la limite élastique à la vitesse de déformation différentes entre les deux orientations donnent à penser que le début de la plasticité pourrait être gouverné par des systèmes de glissement différents selon l'orientation. Les facteurs de Schmid déterminés à partir de la tôle non déformée permettent d'appuyer cette hypothèse et de la préciser, en considérant également les rapports des cissions critiques entre les différents systèmes de glissement.

Il est bien connu que le Ti glisse plus facilement sur les plans prismatiques mais peut également présenter du glissement basal, pyramidal $\langle a \rangle$ et pyramidal $\langle c+a \rangle$. Cela est cohérent avec les données de la littérature à propos des cissions critiques, bien que ces données peuvent être des fois contradictoires, en raison sans doute de leur dépendance à de nombreux facteurs, en particulier, la composition spécifique du matériau. Dans tous les cas, la très grande majorité des auteurs trouvent la plus faible valeur de cission critique pour le glissement prismatique (voir par ex. [POT11, WAR12, LI13]). Les valeurs relevées pour les glissements basal et pyramidal $\langle a \rangle$ sont typiquement plus élevées de plusieurs dizaines à centaines de pourcents.

La Figure 4-13 montre que d'après la statistique des facteurs de Schmid, à peu près la même fraction de grains est orientée favorablement pour le glissement prismatique et pyramidal $\langle a \rangle$ dans les échantillons DL, alors que très peu de grains sont orientés favorablement pour le glissement basal. En tenant compte des rapports entre valeurs de cissions critiques, il est probable que le glissement prismatique domine au début de la déformation plastique. Cette hypothèse est cohérente avec la faible limite élastique observée. Elle suggère également une tendance à une rupture de pente dans la diminution du taux d'écrouissage lorsque le glissement secondaire intra-granulaire entre en jeu, c'est-à-dire la formation d'un plateau

(stade A) après la transition élastoplastique, cette dernière étant observée à une faible déformation et à une faible vitesse de déformation pour les échantillons DL (Figure 4-7).

Différentes hypothèses peuvent être avancées pour expliquer l'influence de l'augmentation de la vitesse de déformation sur cette tendance. Il se trouve que les signes opposés de cet effet pour les deux types d'échantillons peuvent être pris en compte en suggérant que la sensibilité à la vitesse de déformation de la contrainte est plus forte pour le glissement prismatique que pour le glissement pyramidal. Effectivement, l'augmentation du taux d'écroutissage, ou du moins le ralentissement de sa diminution, pendant le stade B des échantillons DL serait corrélé à une activation progressive des systèmes pyramidaux. L'hypothèse avancée ci-dessus signifie que la contrainte requise pour le glissement prismatique croît davantage que pour le glissement pyramidal lorsque la vitesse de déformation augmente. Elle implique donc une contribution plus importante et plus précoce des systèmes pyramidaux à l'écoulement plastique lorsque la vitesse de déformation augmente, et ainsi, un plus fort taux d'écroutissage au début de la déformation et une plus faible tendance à la formation d'un plateau.

Dans les échantillons DT, l'orientation de la plupart des grains est favorable au glissement pyramidal (Figure 4-13). Celui-ci peut donc être déjà actif initialement dans ces échantillons, résultant ainsi en une limite élastique plus élevée. Cependant, on relève également une fraction importante de grains ayant des valeurs élevées du facteur de Schmid pour le glissement prismatique et le glissement basal. D'après l'hypothèse énoncée précédemment, l'équilibre entre les activités des différents systèmes de glissement au début de la déformation plastique dépendrait de la vitesse de déformation. La domination du glissement pyramidal serait renforcée avec une augmentation de la vitesse de déformation appliquée, et le stade A serait accentué, comme observé expérimentalement (Figure 4-7). Par conséquent, à la fois la tendance à la formation d'un plateau et l'inversion de sa dépendance à la vitesse de déformation pourraient être des conséquences d'une sélection de systèmes de glissement dominants, qui serait contrôlée par la texture du matériau et l'orientation relative de l'axe de traction.

Il faut noter qu'un autre effet peut également contribuer à la suppression du plateau dans les échantillons DL lorsque la vitesse de déformation appliquée augmente. En effet, comme cela se voit sur la Figure 4-7, plus la vitesse de déformation est élevée, plus la valeur initiale du taux d'écroutissage est élevée. Par conséquent, après l'activation du glissement prismatique à la limite élastique, le niveau de contrainte nécessaire pour activer le glissement pyramidal sera

atteint d'autant plus tôt que la vitesse de déformation est élevée. Evidemment, un tel raisonnement n'est pas pertinent pour les échantillons DT, pour lesquels le glissement pyramidal pourrait être actif dès le tout début de la déformation.

La tendance globalement faible à un comportement en trois stades pour les échantillons DL est cohérente avec leurs fortes valeurs de θ en comparaison des échantillons DT. On peut émettre plusieurs hypothèses permettant d'expliquer les différences de taux d'écroissage :

- Premièrement, cela pourrait être causé par des différences d'incompatibilités de distorsion plastique entre grains pour les deux types d'échantillons. En effet, ces incompatibilités génèrent des contraintes internes inter-granulaires qui engendrent un écroissage directionnel (ou cinématique) et influencent ainsi la valeur globale observée de θ .
- La seconde raison pourrait être due au fait que le glissement prismatique dans le Ti, que l'on suppose initialement dominant dans les échantillons DL, est généralement considéré comme étant contrôlé par le mouvement des dislocations vis à travers la nucléation et l'expansion de segments par un mécanisme de double décrochement [NAK83, CHIC98]. Ce dernier mécanisme pourrait justifier l'hypothèse faite sur la sensibilité à la vitesse de déformation de la contrainte en ce qui concerne les différents systèmes de glissement. En effet, le mécanisme de double décrochement est un processus fortement thermiquement activé et donc très sensible à la vitesse de déformation.
- Enfin, il est probable que les effets dus à la multiplication des dislocations dans les différents systèmes de glissement soient également à prendre en compte. En effet, si l'on suppose que les dislocations se multiplient beaucoup plus facilement dans les systèmes prismatiques que dans les autres systèmes alors le taux d'écroissage des échantillons présentant la plus forte proportion de glissement prismatique (échantillons DL, voir section suivante) pourrait être plus important du fait d'une plus grande densité de dislocations (écroissage de Taylor, voir équation A-2 dans l'annexe).

Nous avons tout d'abord cherché à vérifier l'hypothèse émise sur la différence de sensibilité à la vitesse entre glissement prismatique et pyramidal. Dans ce but, nous avons réalisé de nouveaux essais, interrompus au début du stade B, afin de déterminer le ou les systèmes actif(s) par l'analyse des traces de glissement. Ces observations permettront également de détecter l'éventuelle présence de macles à ce niveau de déformation.

4.3. Statistique des traces de glissement

Devant la quantité de travail de préparation et d'analyse nécessaires à la réalisation de cette étude, nous choisissons de ne déformer les échantillons qu'à deux vitesses de déformation: $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$ et $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$, pour lesquelles nous avons présenté précédemment les données de fraction volumique de macles (voir Figure 4-11). La plus grande vitesse est celle pour laquelle l'écroûissage en trois stades est le plus marqué pour les échantillons DT. La plus petite vitesse correspond à la vitesse intermédiaire présentée sur la Figure 4-7, pour laquelle le comportement en trois stades est moyennement marqué pour les deux orientations. Quatre échantillons sont donc déformés ; leurs caractéristiques sont présentées dans le Tableau 4-2.

| | Orientation | Vitesse de déformation |
|--------------|--------------------|-------------------------------|
| Ti_10 | DT | $5 \times 10^{-4} s^{-1}$ |
| Ti_22 | DL | $5 \times 10^{-4} s^{-1}$ |
| Ti_11 | DT | $8 \times 10^{-3} s^{-1}$ |
| Ti_23 | DL | $8 \times 10^{-3} s^{-1}$ |

Tableau 4-2. Données expérimentales concernant les quatre échantillons considérés dans l'analyse des traces de glissement.

4.3.1. Essais de traction interrompus

Les éprouvettes de traction possédant les mêmes dimensions (voir 2.1.2) que celles précédemment testées, sont polies avant la déformation selon le protocole défini au paragraphe 2.4.1. Elles sont ensuite déformées jusqu'à l'atteinte du début du stade B. Cette opération est assez délicate, compte-tenu de fait que le début du stade B n'est pas facilement identifiable selon l'orientation et la vitesse de déformation appliquée comme on peut le voir

sur la Figure 4-2. Etant donné que les précédents échantillons déformés ont montré une bonne reproductibilité, les valeurs de la force et de l'allongement correspondant à la déformation désirée ont été choisies comme repères.

La Figure 4-15 présente les courbes d'écroissage de ces échantillons dont la déformation est interrompue, superposées à celles des précédents échantillons déformés jusqu'à la rupture dans les mêmes conditions expérimentales. Pour la comparaison, les déformations vraies sont calculées à partir de l'allongement donné par la traverse, étant donné que les échantillons représentés par les courbes rouges et noires ont été déformés sans extensomètre mécanique pour permettre l'utilisation de la caméra CCD. Le taux d'écroissage $\theta = d\sigma/d\varepsilon_{vraie}$ est ici défini par rapport à la déformation totale ε_{vraie} et non par rapport à la déformation plastique ε^p comme c'est le cas pour les courbes des Figure 4-6 et Figure 4-7 où le calcul de la déformation plastique est facilité par la disponibilité des données de l'allongement réel de l'échantillon. On observe qualitativement le même comportement dans les deux cas de figure.

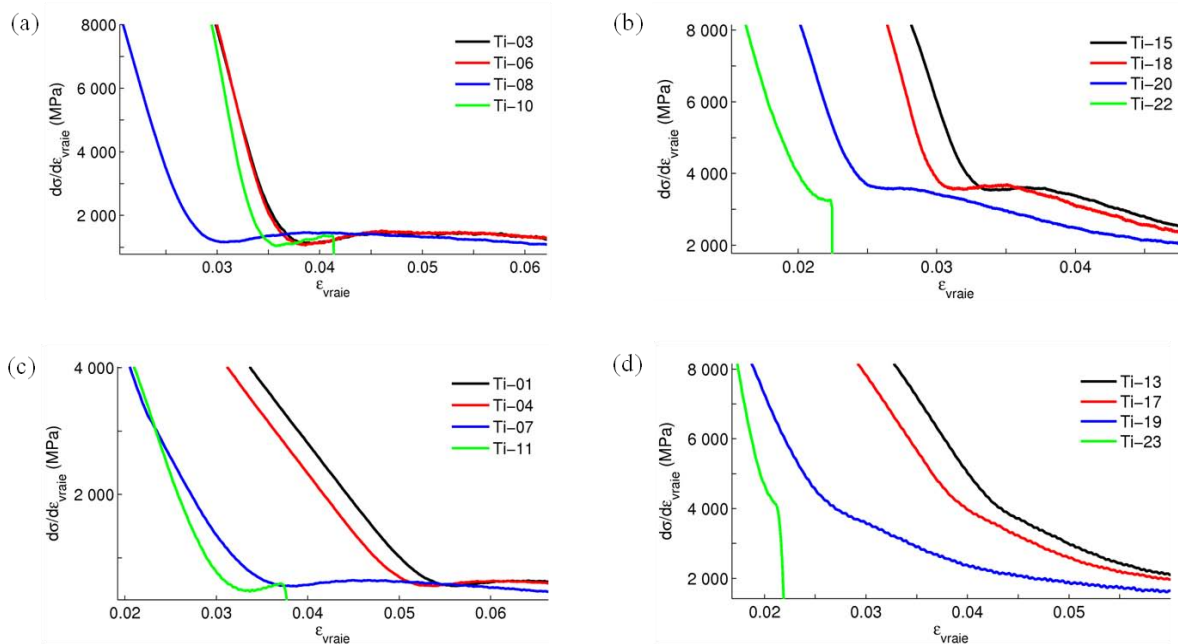


Figure 4-15. Evolution du taux d'écroissage $\theta = d\sigma/d\varepsilon_{vraie}$ en fonction de la déformation totale ε_{vraie} ; (a) échantillons DT testés à $\dot{\varepsilon}_a = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$; (b) échantillons DL testés à $\dot{\varepsilon}_a = 5 \times 10^{-4} s^{-1}$; (c) échantillons DT testés à $\dot{\varepsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$; (d) échantillons DL testés à $\dot{\varepsilon}_a = 8 \times 10^{-3} s^{-1}$. Les courbes vertes correspondent aux essais interrompus.

On notera que les différentes campagnes d'essais qui concernent (1) les échantillons représentés par les courbes d'écroissage noire et rouge, (2) les échantillons représentés par la courbe bleue et (3) les échantillons représentés par la courbe verte ont été réalisées à plusieurs

mois d'intervalle, plus d'un an séparant la première campagne de la troisième. On remarque que l'évolution de l'érouissage reste le même. Le matériau ne semble donc pas avoir vieilli malgré un taux d'oxygène assez élevé (1062 ppm) dans nos échantillons de titane commercialement pur.

4.3.2. Analyses de la microstructure

Les échantillons déformés sont alors analysés en EBSD pour détecter l'éventuelle présence de macles à ce stade de la déformation (voir Tableau 4-3). On constate d'après ces résultats que la fraction volumique de macles est très faible et inférieure pour les échantillons DT aux valeurs mesurées après striction ou rupture (voir Tableau 4-1). De plus, la valeur quelque peu élevée observée pour l'échantillon Ti_10 est probablement surestimée car quelques macles ont été observées au microscope optique sur cet échantillon avant sa déformation. Il est possible que celles-ci aient été induites par le polissage ; il est peu probable que cela résulte du laminage lors de la mise en forme du matériau, puisque c'est le seul échantillon pour lequel on relève cette observation.

| | Orientation - Vitesse de déformation | Fraction volumiques de macles |
|------------------------|---------------------------------------------|--------------------------------------|
| Ti_10 - stade B | DT - $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 1,9 % T1 |
| Ti_22 - stade B | DL - $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | (-) |
| Ti_11 - stade B | DT - $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 1,1 % T1 |
| Ti_23 - stade B | DL - $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 0,4 % T1 – 0,5 % C |

Tableau 4-3. Caractéristiques microstructurales des échantillons déformés dans le cadre de l'analyse des traces de glissement.

4.3.3. Analyse statistique

L'analyse des lignes de glissement est conduite à partir des images électroniques des grains et de leur orientation donnée par l'analyse EBSD, comme cela est décrit au chapitre expérimental (voir 2.4.4).

Les images sont prises de manière à pouvoir identifier entre 100 et 150 grains par échantillon. Les premières images (voir Figure 4-16) nous montrent qu'à ce niveau de déformation, très peu de grains semblent posséder plus d'un système de glissement actif apparent à la surface. Afin de ne pas compliquer ou fausser la statistique qui est basée sur l'activité de chaque famille de systèmes de glissement rapportée au nombre de grains analysés, seuls les grains ne comportant qu'un système de glissement sont pris en compte dans la statistique, les grains avec deux systèmes étant simplement comptés sans distinction par rapport à la nature des systèmes activés.

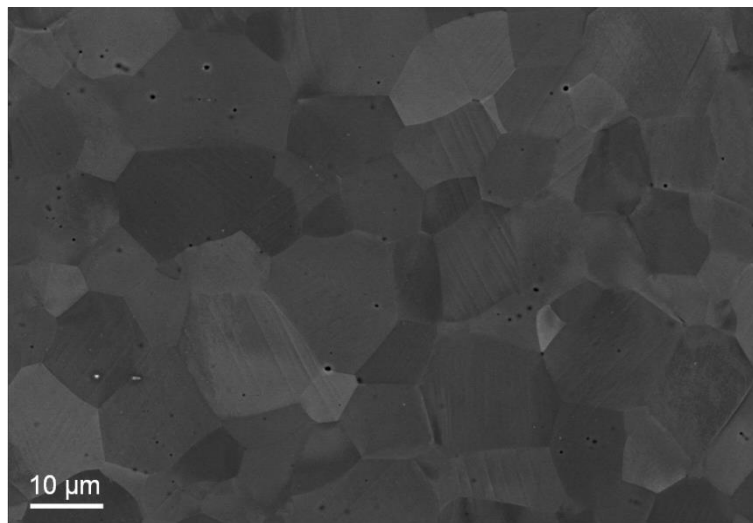


Figure 4-16. Image électronique en électrons rétrodiffusés de l'échantillon Ti₂₃ déformé à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$.

Deux méthodes pour la détermination des systèmes activés ont été employées. Les résultats déterminés à partir de chaque méthode sont présentés et discutés.

Méthode 1.

Le système activé est déterminé en considérant la correspondance de l'angle mesuré à l'angle calculé. Lorsque deux ou plusieurs systèmes sont en compétition, la détermination se fait en considérant d'une part l'erreur entre les deux angles, et d'autre part, en cas d'erreur proches entre plusieurs systèmes, on considère que le système activé sera celui qui présente le plus haut facteur de Schmid. Un système est validé lorsque la différence entre son facteur de Schmid est celui de l'autre système en compétition est supérieure ou égale à 0,05 en valeur

absolue. Cette distinction basée sur le facteur de Schmid est notamment indispensable afin de pouvoir distinguer les systèmes pyramidaux $\langle a \rangle$ des systèmes pyramidaux $\langle c+a \rangle 1$ qui opèrent sur les mêmes plans de glissement et donc, dont l'activité aboutit exactement aux mêmes traces de glissement.

Lorsque le critère du facteur de Schmid ne permet pas de déterminer le système activé, le grain est retiré de la statistique. Pour cette raison, malgré le grand nombre de grains analysés (plus d'une centaine pour chaque échantillon), on déplore environ 20 % de grains écartés faute de pouvoir raisonnablement discriminer le système activé.

Une étude statistique par regroupement de plusieurs cartes EBSD a été faite et a montré que les résultats des différents groupes de cartes étaient représentatifs du résultat final sur l'ensemble des grains de toutes les cartes. Cela atteste de la bonne représentativité de notre échantillon statistique.

Les résultats de l'analyse statistique dans les grains ne présentant qu'un seul système activé sont présentées sur les Figure 4-17 et Figure 4-18.

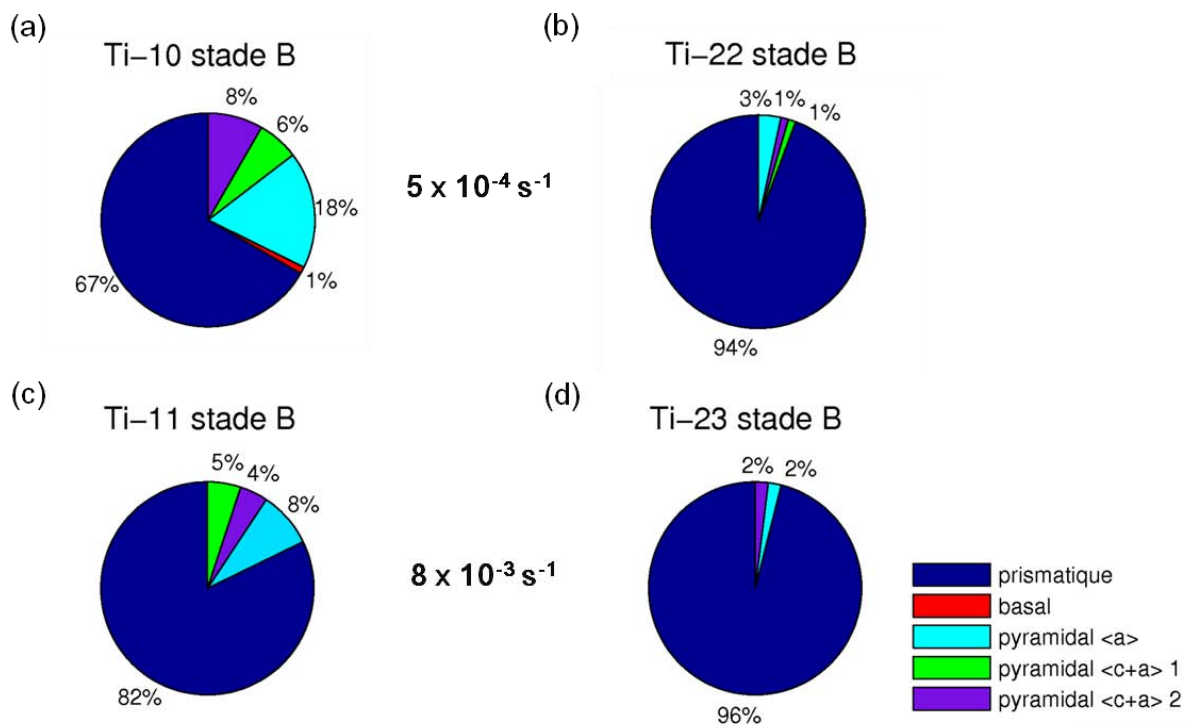


Figure 4-17. Statistique des lignes de glissement sur des grains ne contenant qu'un seul système actif pour les échantillons déformés à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$: (a) et (b), respectivement DT et DL (96 et 88 grains analysés, respectivement), et pour les échantillons déformés à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$: (c) et (d), respectivement DT et DL (118 et 101 grains analysés).

Il ressort de ces analyses que les systèmes prismatiques sont majoritaires dans tous les cas de figure. On relève cependant une différence notable entre les deux orientations avec une plus grande proportion de tous les systèmes pyramidaux pour les échantillons DT.

Concernant les échantillons DT :

- A petite vitesse de déformation (Figure 4-17 (a)), bien que les systèmes prismatiques restent majoritairement activés, une fraction non négligeable de systèmes pyramidaux, et notamment pyramidaux $\langle a \rangle$ est observée. Cela est cohérent avec les prédictions des facteurs de Schmid et la limite élastique plus élevée pour cette orientation.
- Lorsque la vitesse de déformation augmente (Figure 4-17 (c)), on constate que la fraction des systèmes prismatiques activés augmente, jusqu'à atteindre 80% et celle des pyramidaux $\langle a \rangle$ diminue ($18 \rightarrow 8 \%$), alors qu'une contribution plus importante des pyramidaux $\langle a \rangle$ avec l'augmentation de la vitesse de déformation serait attendue d'après l'hypothèse sur les sensibilités à la vitesse de déformation.

Concernant les échantillons DL :

- A la petite vitesse de déformation (Figure 4-17 (b)), le glissement prismatique est majoritaire au début de la déformation, cela apparaît cohérent avec les prédictions des facteurs de Schmid et avec la faible limite élastique observée.
- Lorsque la vitesse de déformation augmente (Figure 4-17 (d)), on voit que la statistique reste très similaire à celle observée à petite vitesse, à savoir approximativement 95% de systèmes prismatiques activés alors que l'hypothèse sur les sensibilités à la vitesse de déformation suggérerait que la contribution des systèmes pyramidaux soit plus importante qu'à la plus petite vitesse.

On notera toutefois que tous les systèmes de glissement sont observés, en dehors des systèmes basaux qui ne concernent qu'1 % des grains analysés pour l'échantillon Ti_10. Ces résultats apparaissent qualitativement en adéquation avec des données de la littérature qui montrent que la présence des systèmes pyramidaux $\langle a \rangle$ et même $\langle c+a \rangle$ en début de déformation est possible [LI13], malgré des cissions critiques élevées. En effet Li et al. ont réalisé une analyse de systèmes de glissement dans du titane commercialement pur, ayant une texture proche de nos échantillons DT, quoi que légèrement plus faible, déformé à température ambiante dans le même domaine de formation que nos échantillons ($\dot{\epsilon}_a \approx 10^{-3} \text{s}^{-1}$). Leurs résultats sont

présentés dans le Tableau 4-4. En dehors des systèmes basaux, que nous n’observons pas dans notre étude, nos résultats sont comparables. On notera que la statistique présentée dans ce tableau n’évolue que très peu entre les deux états de déformation. On remarque par ailleurs que la fraction de maillage relevée dans leur étude est bien supérieure à la nôtre, ce qui peut être la conséquence d’une plus grande taille de grain (115 μm) que la nôtre (9 μm).

| | Basal | Prismatique | Pyramidal <a> | Pyramidal <c+a | Maillage |
|----------------------|-------|-------------|---------------|----------------|----------|
| 4 % de déformation | 10 % | 63 % | 6 % | 10 % | 11 % |
| 8,4 % de déformation | 11 % | 61 % | 5 % | 13 % | 10 % |

Tableau 4-4. Distribution des systèmes de déformation dans le titane commercialement pur à 296 K, à $\dot{\epsilon}_a \approx 10^{-3} \text{s}^{-1}$ observés par Li et al. [LI13].

Après la réalisation de cette étude, la déformation des échantillons testés à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ a été poursuivie jusqu’à la striction. Une seconde série d’observations a été alors réalisée pour étudier l’évolution de la statistique avec le stade de déformation. Les résultats sont présentés sur la Figure 4-18.

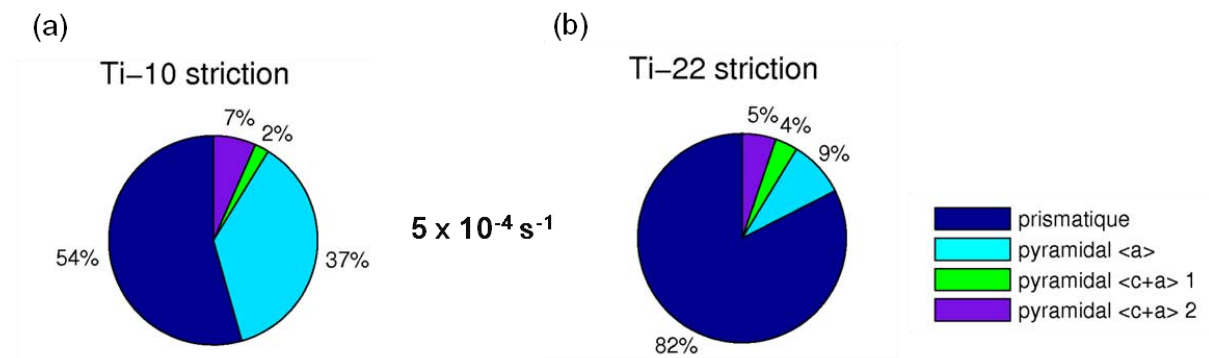


Figure 4-18. Statistique des lignes de glissement sur des grains ne contenant qu’un seul système actif, pour les échantillons DT (a) et DL (b) déformés à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} \text{s}^{-1}$ jusqu’à la striction (136 et 114 grain analysés, respectivement).

On peut remarquer que l’on retrouve qualitativement les mêmes résultats à ce niveau de déformation qu’au niveau du stade B (voir Figure 4-17 (a) et (b)), pour les deux orientations. Cette observation est similaire aux résultats de Li et al. présentés dans le Tableau 4-4, bien que la différence d’état de déformation qu’ils considèrent est bien moins significative que

dans la présente étude. On constate cependant que la proportion de systèmes pyramidaux <a> a augmenté (18 → 37 % pour DT et 3 → 9 % pour DL).

Le Tableau 4-5 présente le pourcentage de grains parmi ceux analysés qui possèdent deux systèmes activés observables à la surface de l'échantillon.

| Echantillon | Orientation | Vitesse de déformation | Fraction de grains possédant deux systèmes actifs |
|-------------------|-------------|-----------------------------------|---------------------------------------------------|
| Ti_10 - stade B | DT | $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 5,8 % |
| Ti_10 - striction | DT | $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 7,5 % |
| Ti_22 – stade B | DL | $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 2,2 % |
| Ti_22 – striction | DL | $5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ | 10,2 % |
| Ti_11 – stade B | DT | $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 9,9 % |
| Ti_23 – stade B | DL | $8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ | 8,2 % |

Tableau 4-5. Fraction de grains possédant deux systèmes actifs parmi le nombre total de grains analysés, selon l'échantillon testé ; évaluation avec la méthode 1.

On constate une augmentation du nombre de grains avec deux systèmes activés d'une part pour une même vitesse lorsque la déformation augmente, et d'autre part, pour une même orientation lorsque la vitesse de déformation augmente.

Les échantillons DT présentent davantage de grains avec deux systèmes activés, ce qui n'est pas cohérent *a priori* avec $\theta_{DT} < \theta_{DL}$. Bien que la proportion de grains avec deux systèmes actifs identifiés soit trop faible pour pouvoir tirer des conclusions définitives, ce résultat semble toutefois montrer qu'il est nécessaire de tenir compte de la multiplication des dislocations dans les différents systèmes de glissement pour pouvoir expliquer la relation $\theta_{DT} < \theta_{DL}$.

Méthode 2.

La détermination du système activé est uniquement basée sur la mesure de l'angle et la correspondance à l'angle calculé. Deux systèmes concurrents sont donc départagés en considérant la plus faible erreur entre les deux angles, sans tenir compte du facteur de Schmid

de chacun des systèmes. Comme expliqué précédemment, cette règle ne permet pas alors de distinguer les systèmes pyramidaux <a> des systèmes pyramidaux <c+a> 1, car ceux-ci donnent exactement les mêmes traces de ligne de glissement. Pour cette raison, on constitue la statistique en comptant les systèmes pyramidaux <a> et <c+a> 1 comme appartenant à un même groupe.

Lorsque l'erreur (arrondie au degré supérieur) entre les angles est la même pour deux systèmes en compétition, le grain est alors retiré de la statistique. Les Figure 4-19 et Figure 4-20 ainsi que le Tableau 4-6 présentent les résultats de cette analyse.

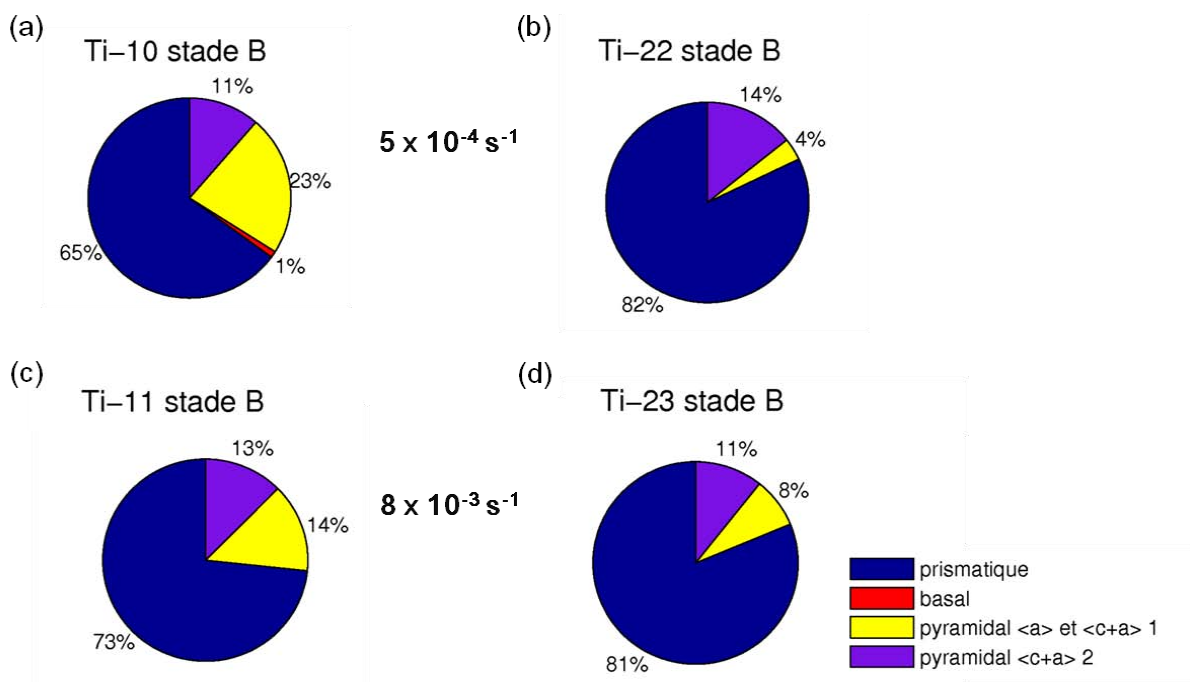


Figure 4-19. Statistique des lignes de glissement sur des grains ne contenant qu'un seul système actif pour les échantillons déformés à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$: (a) et (b), respectivement DT et DL (97 et 84 grains analysés, respectivement), et pour les échantillons déformés à $\dot{\epsilon}_a = 8 \times 10^{-3} \text{ s}^{-1}$: (c) et (d), respectivement DT et DL (120 et 112 grains analysés, respectivement).

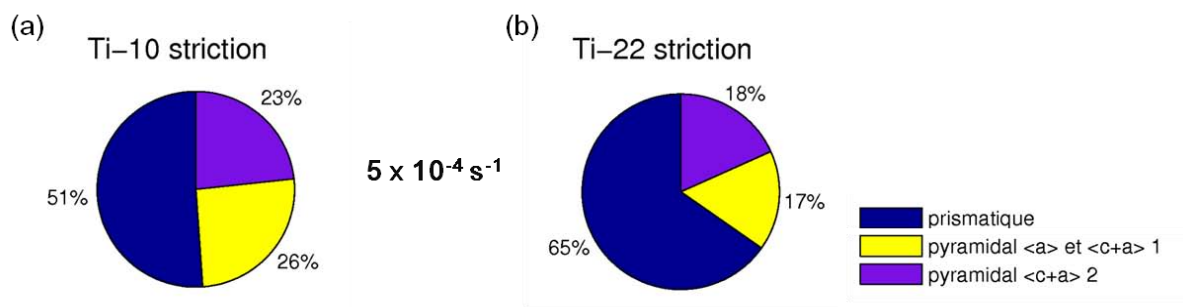


Figure 4-20. Statistique des lignes de glissement sur des grains ne contenant qu'un seul système actif, pour les échantillons DT (a) et DL (b) déformés à $\dot{\epsilon}_a = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ jusqu'à la striction (133 et 115 grains analysés, respectivement).

| Echantillon | Fraction de grains avec deux systèmes activés |
|-------------------|-----------------------------------------------|
| Ti_10 - stade B | 6,7 % |
| Ti_10 - striction | 11,3 % |
| Ti_22 - stade B | 1,1 % |
| Ti_22 - striction | 12,9 % |
| Ti_11 | 9,8 % |
| Ti_23 | 6,7 % |

Tableau 4-6. Fraction de grains possédant deux systèmes actifs parmi le nombre total de grains analysés, selon l'échantillon testé ; évaluation avec la méthode 2.

On constate que l'on retrouve avec la méthode 2 qualitativement les mêmes résultats qu'avec la méthode 1. Toutefois, on remarque qu'on a dans tous les cas davantage de systèmes pyramidaux (tous confondus), car ils sont souvent en compétition avec un système prismatique dans la détermination du système activé. Le fait de départager les deux systèmes concurrents en considérant le facteur de Schmid le plus élevé (méthode 1) est souvent à l'avantage des systèmes prismatiques. Dans ce cas, l'utilisation du facteur de Schmid aux petites déformations apparaît donc plutôt raisonnable vu que ce sont les systèmes prismatiques qui ont *a priori* les cisssions critiques les plus faibles. Cependant, il faut rappeler que le facteur de Schmid ne tient pas compte de l'influence possible des contraintes internes sur l'activation du glissement, en particulier pour les déformations élevées.

Il faut également considérer plusieurs autres limites concernant la fiabilité des résultats obtenus par l'analyse des lignes de glissement. On constate effectivement que certains grains

présentent de nombreuses traces de glissement visibles, alors que d'autres grains, parfois voisins, n'en possèdent aucune. Le fait que certains grains ne présentent pas de traces visibles ne signifie pas forcément que le glissement n'est pas activé dans ces grains. Plusieurs raisons peuvent être avancées pour expliquer cela [LI13] :

- Le vecteur de Burgers peut être parallèle à la surface, ce qui empêchera la détection des traces de glissement.
- L'amplitude du glissement peut ne pas être suffisante pour créer des « marches » visibles à la surface de l'échantillon.
- Le glissement peut être diffus et non localisé dans des bandes de glissement bien définies.

Les observations en fin d'essai sont par ailleurs plus délicates, les images étant de moins bonne qualité car la surface de l'échantillon est très affectée par la déformation. Cela se ressent sur les images par des lignes qui deviennent courbes, comme le montre la Figure 4-21 qui compare un échantillon en début de déformation (a) et le même échantillon à la striction (b). Les angles permettant la détermination des systèmes de glissement sont donc plus difficiles à identifier dans le cas des échantillons déformés jusqu'à la striction. Par ailleurs, le signal EBSD est également plus bruité qu'au début de la déformation, l'indexation de certains grains est donc plus difficile à réaliser avec précision.

La courbure des lignes pourrait être la conséquence de la rotation intra-granulaire du réseau au cours de la déformation, et/ou de la manifestation du glissement dévié. En effet, l'étalement dans le titane du cœur des dislocations vis sur un plan prismatique et deux plans pyramidaux $\langle a \rangle$ [NAK83], favorise le glissement dévié des dislocations glissant sur les plans prismatiques vers des plans pyramidaux sécants. En raison de la petite taille de grains de nos échantillons, les observations en microscopie électronique à balayage ne permettent pas dans le cas présent de vérifier la présence ou non de glissement dévié. Des analyses en microscopie électronique à transmission seraient pour cela nécessaires.

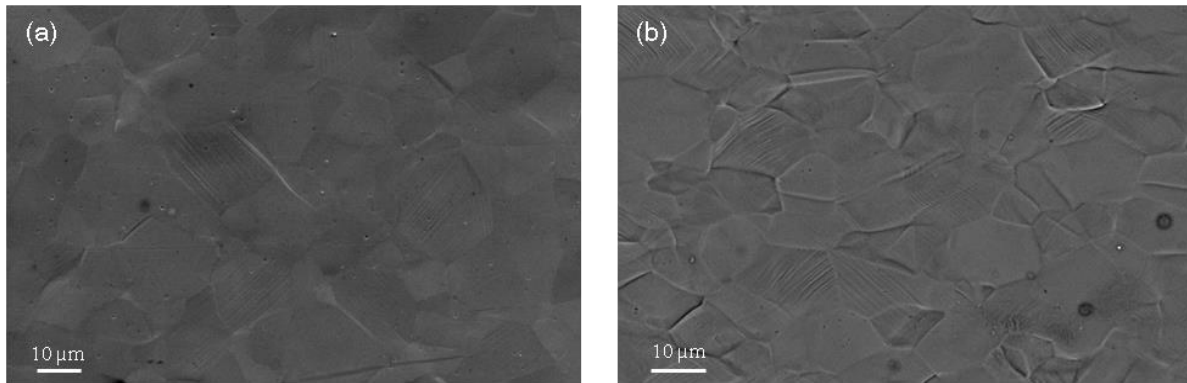


Figure 4-21. (a) image en électrons secondaire de l'échantillon Ti-10 déformé jusqu'au début du stade B ; (b) image en électrons rétrodiffusés de l'échantillon Ti-10 déformé jusqu'à la striction.

En conclusion, les études des traces de glissement par les deux méthodes sont conformes aux résultats d'analyse des facteurs Schmid et à l'anisotropie de la limite élastique entre les éprouvettes DT et DL. Elles montrent également une augmentation du glissement secondaire et du glissement pyramidal au cours de la déformation, ces mécanismes étant susceptibles d'être en partie responsable de l'augmentation de θ pendant le stade B. En revanche, elles ne permettent ni d'expliquer l'anisotropie de la valeur du taux d'écroutissage, ni de justifier l'hypothèse d'anisotropie de sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation entre les systèmes prismatiques et pyramidaux. Comme expliqué ci-dessus, il existe de nombreuses limitations à l'estimation des fractions de systèmes activés par analyse de traces de glissement. Néanmoins, les études effectuées semblent indiquer que la seule hypothèse d'anisotropie de sensibilité à la vitesse ne peut pas être suffisante pour expliquer l'ensemble des observations de manière quantitative. Au contraire, ces résultats soulignent la nécessité de prendre également en compte les effets dus à la multiplication des dislocations dans les différents systèmes de glissement.

4.4. Conclusions

De par sa structure hexagonale, la déformation du titane- α met en compétition à température ambiante le maclage avec le glissement des dislocations. La plupart des études dans la littérature traitant de la déformation du titane commercialement pur, ou de haute pureté, s'appuient sur des essais de compression, qui sont connus pour davantage favoriser l'apparition du maclage. De nombreux auteurs ont identifié une déformation en trois stades de ce matériau dans des conditions de compression. Ce comportement est très différent de celui

bien connu des matériaux cubiques à faces centrées (CFC) à haute énergie de faute d'empilement, mais se rapproche de celui des matériaux CFC à faible énergie de faute d'énergie qui présentent du maclage, comme les aciers TWIP. Plusieurs suggestions ont alors émergé dans la littérature pour tenter d'expliquer ce comportement. Alors que le mécanisme de maclage semble prépondérant en compression à température ambiante [SAL02, SAL03, SAL06], et que les effets de vieillissement peuvent être au premier plan à de plus hautes températures [NEM99], nous avons vu dans ce chapitre que ces phénomènes sont *a priori* incapables d'expliquer la présence d'un comportement similaire pour nos échantillons sollicités en traction à température ambiante.

L'étude du titane commercialement pur menée dans ce chapitre a en effet permis de mettre en évidence le comportement en trois stades de la déformation plastique dans des conditions de traction également, bien qu'il soit moins prononcé qu'en compression. Compte-tenu de la texture de notre matériau, des échantillons ont été prélevés selon les directions transverse (échantillons DT) et de laminage (échantillons DL) d'une tôle de titane commercialement pur. Les essais de traction ont montré, d'une part, que le comportement en trois stades est clairement présent pour les deux orientations et à toutes les vitesses de déformation ($5 \times 10^{-5} s^{-1} \leq \dot{\epsilon}_a \leq 8 \times 10^{-3} s^{-1}$) et d'autre part, ont mis en évidence l'anisotropie des propriétés mécaniques.

L'ensemble des résultats expérimentaux obtenus à partir de la déformation en traction de ces échantillons et les analyses *post mortem* des fractions volumiques de macles nous ont amené à proposer l'hypothèse que le comportement en trois stades apparents en début de déformation peut être dû à la nature fortement anisotrope du glissement des dislocations. On suggère en effet que la sensibilité à la vitesse de déformation de la contrainte d'écoulement est plus forte pour le glissement prismatique que pour le glissement pyramidal. Sur la base d'une prédominance des systèmes prismatiques en début de déformation pour les échantillons DL et sur la participation active des systèmes pyramidaux pour les échantillons DT à un même état de déformation, cette hypothèse pourrait expliquer l'ensemble des disparités entre les deux orientations observées dans les résultats expérimentaux.

Une analyse statistique des traces de glissement est alors entreprise pour vérifier cette hypothèse. A partir d'essais de traction interrompus au début du stade B, les premiers résultats permettent de confirmer l'anisotropie du glissement entre les deux orientations. En effet, si les échantillons DL présentent presque exclusivement du glissement prismatique en début de

déformation comme le prévoyait l'hypothèse formulée, on retrouve environ 20% de systèmes pyramidaux <a> activés dans les échantillons DT, ce qui est cohérent avec une limite élastique plus élevée pour cette orientation. De plus, on note une augmentation de l'activité des systèmes pyramidaux avec le taux de déformation ainsi que l'activation accrue du glissement secondaire intra-granulaire, ce qui pourrait expliquer l'augmentation du taux d'écroutissage au stade B. L'ensemble des résultats obtenus à partir de l'analyse des lignes de glissement ne permet cependant pas à ce stade de l'étude de confirmer pleinement la validité de l'hypothèse émise sur la différence de sensibilité à la vitesse de déformation entre glissement prismatique et pyramidal. Les résultats d'analyse de traces semblent suggérer que la multiplication des dislocations et l'évolution de leurs densités dans les différents plans de glissement doivent également être prises en compte, notamment afin de pouvoir expliquer la différence de taux d'écroutissage entre les deux orientations DT et DL.

Etant donné la difficulté d'accéder expérimentalement à de telles variables, il semble d'autant plus approprié de considérer la modélisation du problème étudié afin de pouvoir confronter nos différentes hypothèses. Une première approche de modélisation a ainsi été développée. Elle est basée sur un modèle simplifié de type Kocks-Mecking [MEC81] qui considère la densité de dislocations comme variable interne gouvernant la plasticité. Le modèle est présenté en annexe. Si ce modèle ne permet pas de décrire les stades A et B, dans la mesure où ses équations constitutives mènent inévitablement à une diminution monotone du taux d'écroutissage, il offre en revanche une bonne description du stade C, qui représente la majeure partie de la déformation plastique. Ainsi, ces premiers résultats de modélisation vont dans le sens de l'hypothèse selon laquelle la déformation du titane commercialement pur en traction est gouvernée essentiellement par le glissement des dislocations. De plus, il est à souligner qu'afin de pouvoir reproduire la différence de taux d'écroutissage entre les orientations DT et DL, une valeur plus élevée du coefficient traduisant la multiplication des dislocations a dû être considérée dans le cas des échantillons DL (voir Tableau A-1).

Une modélisation plus adaptée est cependant nécessaire afin de reproduire les trois stades d'écroutissage et l'effet de la vitesse de déformation sur ces stades. Un modèle polycristallin élasto-viscoplastique à transition d'échelles [PAQ01] prenant en compte la texture initiale du matériau pourrait éventuellement permettre de décrire les stades A et B en considérant des sensibilités à la vitesse de déformation et/ou des coefficients traduisant la multiplication des dislocations intrinsèquement différents entre systèmes. Un tel modèle pourrait fournir une estimation des contraintes inter-granulaires, de la rotation globale des grains et des systèmes

actifs pour chaque orientation et selon la vitesse de déformation. Ces résultats pourraient alors être confrontés aux résultats expérimentaux présentés dans cette thèse, de manière à vérifier ou ajuster les hypothèses formulées.

En parallèle et en interaction avec les résultats de modélisation, des observations en microscopie électronique à transmission à différents stades de déformation permettraient d'identifier les systèmes activés sans ambiguïté. Cependant, la statistique serait bien moindre que celle apportée par l'analyse des traces de glissement et l'effet des surfaces libres dû à la préparation des lames minces sur la prévalence des systèmes observés serait une autre source d'incertitude. Des essais de traction *in situ* pourraient par ailleurs apporter de nouveaux éléments de réponse, dans la mesure où l'on pourrait suivre l'évolution du maillage et du glissement à la surface de grains bien identifiés et voir notamment ce qui se passe précisément au cours du stade B.

Enfin, une étude plus détaillée des données d'extensométrie locale à haute résolution disponibles à l'échelle mésoscopique devrait permettre de vérifier le comportement ondulatoire déjà observé et d'étudier l'impact de l'anisotropie sur cette échelle locale, permettant ainsi de compléter les résultats de modélisation et de microscopie électronique.

Conclusions générales et perspectives de l'étude

Depuis une vingtaine d'années, la vision classique de la théorie de la plasticité qui suppose que l'écoulement plastique est un processus homogène et régulier, a été remise en question. On est capable d'exprimer à présent le fait que l'hétérogénéité de la déformation plastique, bien connue à l'échelle des dislocations, a des répercussions sur l'écoulement à des échelles plus grossières, éventuellement à l'échelle macroscopique. En effet, des mesures d'émission acoustique [WEI97] et d'extensométrie à haute résolution [FRES09] ont pu révéler la nature intermittente de la déformation plastique, et associer la dynamique des dislocations à un système non linéaire proche d'un état critique. Ces techniques qui permettent de révéler le comportement des dislocations à une échelle mésoscopique, ont ainsi fait prendre conscience du fait que l'on peut avoir une vision différente de la plasticité selon l'échelle d'observation.

En tenant compte de cette vision récente de la plasticité, la présente thèse s'inscrit dans le cadre d'une étude multi-échelles avec l'objectif de caractériser l'hétérogénéité et l'anisotropie de la déformation plastique dans des matériaux faisant intervenir à la fois le glissement des dislocations et le maclage. Deux matériaux ont donc été étudiés : un acier TWIP et le titane- α commercialement pur. La déformation plastique de ces deux matériaux a été caractérisée à différentes échelles à l'aide d'essais de traction (échelle macroscopique), de mesures d'extensométrie locale à haute résolution et d'émission acoustique (échelles mésoscopiques) et d'analyses de la microstructure.

L'étude de la déformation plastique de l'acier TWIP à haute teneur en manganèse déformé en traction à température ambiante a mis en lumière deux échelles distinctes de plasticité. L'une est reliée aux instabilités macroscopiques de la déformation plastique associées aux fluctuations de la contrainte appliquée et aux bandes de déformation qui propagent le long de l'axe de traction. D'un autre côté, l'application de l'extensométrie locale a permis de mettre en évidence la présence d'ondes plastiques qui se manifestent après la transition élastoplastique et avant la déformation critique pour l'apparition des premières fluctuations de contrainte sur la courbe de traction, ainsi que sa concomitance avec le caractère intermittent de la déformation locale, qui s'installe d'une manière progressive. Ces nuances provenant d'une échelle fine ressemblent aux résultats récents obtenus pour d'autres matériaux et posent

donc la question de leur origine unique et indépendante des mécanismes qui contrôlent le comportement à l'échelle macroscopique. L'origine plastique des ondes de la déformation a été confirmée par l'analyse de spectres de Fourier des signaux de la dérivée de la contrainte $\dot{\sigma}(t)$ et de la déformation $\dot{\epsilon}(t)$ qui a révélé un couplage spatial que l'on suppose gouverné par les contraintes internes dues aux incompatibilités de déformation locale. Un des résultats principaux qui ressort de cette étude est que l'instabilité plastique émerge progressivement par une petite hétérogénéité de déformation qui se développe ensuite de plus en plus jusqu'à être visible macroscopiquement par la manifestation de chutes de contraintes sur la courbe de traction. Nous avons ainsi montré que la déformation critique telle qu'elle est souvent déterminée n'est peut-être pas adéquate pour évaluer au mieux l'énergie d'activation des mécanismes d'interaction entre dislocations et atomes de soluté, méthode souvent employée dans la littérature pour tenter d'expliquer le mécanisme responsable de l'instabilité dans les aciers TWIP. Par ailleurs, les résultats des mesures d'émission acoustique ont confirmé le caractère intermittent de la déformation plastique et ont mis en évidence l'auto-organisation des dislocations suivant une dynamique proche d'un état critique, avec un exposant de la loi puissance s'apparentant à des résultats précédemment retrouvés pour des matériaux se déformant par glissement des dislocations et maclage, mais très différents des exposant retrouvés dans le cadre de la manifestation de l'effet PLC. Ainsi, cela appuie la conjecture selon laquelle l'instabilité plastique qui se manifeste dans les aciers TWIP est gouvernée par un mécanisme qui lui est propre, vraisemblablement différent de celui de l'effet PLC, et pour lequel le maclage doit être pris en compte, notamment dans l'élaboration de futurs modèles. Si la microstructure de cet acier TWIP n'a pas été étudiée dans cette thèse en raison de la manifestation de l'instabilité plastique aux échelles macro- et mésoscopiques qui ont attiré toute notre attention, il serait intéressant d'étudier l'évolution de la microstructure lors des premières manifestations de l'instabilité plastique.

L'étude de la déformation plastique du titane- α commercialement pur a quant à elle permis de mettre en évidence l'anisotropie des propriétés mécaniques de ce matériau. Compte-tenu de la texture du matériau, tous les essais ont en effet été réalisés en comparant des éprouvettes possédant leur direction de traction soit selon la direction de laminage ou bien selon la direction transverse, à différentes vitesses de déformation. Le premier point mis en évidence dans cette étude est le fait que le comportement en trois stades de la déformation plastique se manifeste bien dans des conditions de traction. Il n'avait alors été clairement établi dans la littérature que dans des essais en compression. L'anisotropie du comportement se retrouve

dans la description de ces stades qui n'évoluent pas de la même manière selon l'orientation des échantillons testés. De plus, nos expériences ont révélé un point intéressant qui n'avait alors jamais été évoqué dans les travaux en compression présents dans la littérature : la vitesse de déformation a une influence sur la prononciation du comportement en trois stades, et ce de manière inversée entre les deux orientations. Afin d'expliquer ces différences, et à partir des résultats de l'extensométrie locale à haute résolution et des analyses de la microstructure, une hypothèse est proposée pour décrire le mécanisme responsable de ce comportement. L'un des principaux points mis en valeur est le rôle négligeable du maclage dans la déformation en traction du titane commercialement pur étudié dans cette thèse. Un mécanisme basé uniquement sur le glissement des dislocations et fondé sur une hypothèse d'anisotropie du glissement selon les deux orientations est alors proposé. Les résultats de l'analyse statistique des lignes de glissement montrent qu'on retrouve effectivement une anisotropie dans la nature des systèmes de glissement activés selon l'orientation. Si ces premiers résultats ne permettent pas de valider pleinement l'hypothèse émise par ailleurs sur la sensibilité différente de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation plastique entre le glissement prismatique et le glissement pyramidal, ils suggèrent de considérer des facteurs de multiplication des dislocations différents selon les systèmes activés. Cela permettrait alors d'expliquer les différences de taux d'écroutissage relevées entre les deux orientations.

Une approche de modélisation a été entamée suite à l'obtention de ces résultats expérimentaux. Un premier modèle basé sur l'approche développée par Kocks-Mecking et n'introduisant qu'une seule variable interne, la densité de dislocations, permet de confirmer que le comportement global du matériau peut être décrit par un modèle uniquement basé sur le glissement des dislocations. Cependant ce modèle n'est pas en mesure de reproduire les deux premiers stades de la déformation. Le développement d'un modèle polycristallin plus adapté, tenant compte de la texture du matériau, permettra de tester par ailleurs les différentes hypothèses émises pour expliquer le mécanisme de déformation plastique. Des analyses de microstructures plus approfondies en microscopie électronique devraient permettre de vérifier dans une certaine mesure les hypothèses formulées dans cette étude, et alimenteront par ailleurs la modélisation.

On a ainsi pu voir que malgré des caractéristiques similaires entre les deux matériaux, comme l'évolution du taux d'écroutissage en fonction de la déformation, le maclage peut avoir un rôle et une importance très différents. Davantage de travail sera nécessaire pour une description et une compréhension globale du fonctionnement du maclage et de la façon dont il influence

et/ou est influencé par le glissement des dislocations. Dans cette optique et dans le but de maîtriser encore mieux les mécanismes gouvernant la plasticité des deux matériaux étudiés dans cette thèse, plusieurs pistes pour de futurs travaux sont proposées :

- Il est nécessaire d'approfondir, pour chacun des deux matériaux, l'étude de la déformation plastique par émission acoustique, en tirant profit des nouveaux dispositifs à disposition, à savoir l'enregistrement de l'ensemble des données (data streaming), et l'utilisation de plusieurs capteurs pour permettre la localisation des événements acoustiques, apportant ainsi une information spatiale plus complète.
- L'étude des données d'extensométrie locale à haute résolution est par ailleurs à poursuivre pour chacun des deux matériaux, en approfondissant pour les aciers TWIP, ce qu'il se passe entre deux fluctuations de contrainte, et pour le titane, en comparant les données obtenues pour chaque orientation avec davantage d'attention. L'analyse des spectres de Fourier des signaux des dérivées de la contrainte ou de la déformation devraient également permettre de révéler l'anisotropie de la déformation entre les deux échantillons à une échelle mésoscopique.
- Par ailleurs, l'application de différentes techniques d'analyses de données, telles que l'analyse multifractale ou l'analyse par récurrence devraient permettre d'approfondir la caractérisation de la dynamique des dislocations.

Annexe

A. Modèle simplifié de Kocks-Mecking

A.1. Présentation du modèle

Un modèle viscoplastique scalaire est développé en vue de décrire les différents comportements de l'écroutissage observés selon l'orientation des échantillons et la vitesse de déformation. Ce modèle considère exclusivement le glissement des dislocations comme mécanisme de déformation et ne tient pas compte du maclage comme les résultats expérimentaux permettent de le supposer. Le modèle proposé peut donc se baser sur l'approche développée par Kocks et Mecking [MEC81] qui considère une seule variable interne gouvernant la plasticité, la densité de dislocations ρ .

La formulation des équations de ce modèle repose sur plusieurs hypothèses dont :

- La déformation plastique du matériau est supposée isotrope afin de pouvoir considérer les contraintes et déformations équivalentes de Von Mises.
- L'effet des incompatibilités de déformation plastique entre grains sur l'évolution de la contrainte macroscopique est négligé.
- La vitesse de déformation plastique $\dot{\epsilon}^p$ est supposée constante au cours de l'essai.

Les deux premières hypothèses sont raisonnables dans le cas des matériaux cubiques à faces centrées qui possèdent un grand nombre de systèmes de glissement actifs et pour lesquels l'approche de Kocks et Mecking a été initialement développée. Par contre, elles sont particulièrement mal adaptées à l'anisotropie du glissement caractéristique des matériaux hexagonaux [DUNL07]. Néanmoins, dans cette première approche, nous souhaitons tester un modèle simple avec un nombre réduit de paramètres et décidons de conserver la structure initiale du modèle de Kocks et Mecking.

On cherche donc à déterminer la contrainte uniaxiale σ et à en déduire le taux d'écroutissage $\Theta = d\sigma/d\epsilon^p$ à partir de la variation de ρ , et selon les différents paramètres influents du modèle présenté ci-dessous. Pour cela on définit tout d'abord l'équation cinétique suggérée

par Kocks dans [KOC75] qui décrit la variation de la déformation plastique au cours du temps selon un processus thermiquement activé en loi puissance :

$$\dot{\varepsilon}^p = \dot{\varepsilon}_0 (\sigma / \hat{\sigma})^m \quad \text{A-1}$$

$\dot{\varepsilon}_0$, σ et m sont respectivement la vitesse de déformation de référence, la contrainte uniaxiale, et le coefficient de sensibilité de la vitesse de déformation.

La variable interne $\hat{\sigma}$ de l'équation A-1, qui caractérise la résistance au glissement des dislocations, est reliée à la densité de dislocation ρ stockée dans le matériau par la relation de Taylor suivante :

$$\hat{\sigma} = M(\tau_f + \alpha G b \sqrt{\rho}) \quad \text{A-2}$$

où : M est le facteur de Taylor

τ_f est la friction de réseau ; elle prend en compte la contrainte de Peierls et la résistance due à la présence d'atomes de soluté

α est une constante adimensionnelle représentant une force moyenne d'interaction entre les dislocations

G est le module de cisaillement

b est le vecteur de Burgers

ρ est la densité de dislocation stockée

Le terme $\alpha G b \sqrt{\rho}$ reflète la loi de durcissement par la forêt, c'est-à-dire la contrainte nécessaire au franchissement des obstacles à courte distance.

Parallèlement, la variation de la densité de dislocation stockée au cours de la déformation plastique est donnée par la relation [KOC03]:

$$d\rho/d\varepsilon^p = M \left(\frac{1}{bL} - k_2 \rho \right) \quad \text{A-3}$$

où : L est la distance de libre parcours moyen des dislocations entre deux obstacles

k_2 est proportionnelle à la distance critique moyenne d'annihilation entre deux dislocations

k_2 est un paramètre dépendant de la vitesse de déformation comme le décrit l'équation A-4 :

$$k_2 = k_2^0 \left(\frac{\dot{\varepsilon}^p}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{(-1/n)} \quad \text{A-4}$$

où k_2^0 et n sont des constantes adimensionnelles et $\dot{\varepsilon}_0$ une vitesse de déformation de référence.

Pour faire apparaître les effets des joints de grains et des dislocations de la forêt, l'équation A-3 peut s'écrire comme suit:

$$d\rho/d\varepsilon^p = M(k + k_1\sqrt{\rho} - k_2\rho) \quad \text{A-5}$$

où k et k_1 décrivent respectivement les effets des joints de grains et des dislocations de la forêt sur le stockage des dislocations. k et $\sqrt{\rho}$ sont en fait respectivement inversement proportionnels aux distances de vol des dislocations avant leur arrêt par interaction avec les joints de grains et la forêt (cf. Eq. A-3).

L'hypothèse de vitesse de déformation plastique constante permet finalement d'obtenir l'équation différentielle A-6 :

$$\dot{\rho} = \dot{\varepsilon}^p M(k + k_1\sqrt{\rho} - k_2\rho) \quad \text{A-6}$$

En introduisant les conditions initiales $\rho(0) = \rho_0$ et $\varepsilon^p(0) = 0$, cette équation est résolue numériquement par la méthode de Runge-Kutta d'ordre 1. La contrainte uniaxiale σ peut alors être déterminée à partir de l'équation cinétique (équation A-1) et de la relation de Taylor (équation A-2) :

$$\sigma = M \left(\frac{\dot{\varepsilon}^p}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{1/m} (\tau_f + \alpha Gb\sqrt{\rho}) \quad \text{A-7}$$

On en déduit également l'expression du taux d'écrouissage Θ :

$$\Theta = \frac{M^2 \alpha G b}{2} \left(\frac{\dot{\varepsilon}^p}{\dot{\varepsilon}_0} \right)^{1/m} \left(\frac{k}{\sqrt{\rho}} + k_1 - k_2 \sqrt{\rho} \right) \quad \text{A-8}$$

On constate que le taux d'écrouissage diminue lorsque la densité de dislocation augmente.

A.2. Paramètres du modèle

Le Tableau A-1 répertorie les valeurs des paramètres utilisés dans le modèle. Les ordres de grandeurs des paramètres sont choisis en fonction de leur sens physique et des données de la littérature. La différence de valeurs entre DT et DL pour un paramètre est estimée d'après les résultats expérimentaux obtenus (voir explications sous le tableau).

| Paramètre | Valeur pour DT | Valeur pour DL | Références |
|-----------------------|--------------------------------------|--------------------------------------|----------------|
| b | $2,95 \times 10^{-10} \text{ m}$ | $2,95 \times 10^{-10} \text{ m}$ | [NEM99, KO06] |
| G | 42250 MPa | 42250 MPa | [BEN13] |
| τ_f | 100 MPa | 98 MPa | [GUR11, WAR12] |
| α | 0,3 | 0,3 | [DUNL07] |
| $\dot{\varepsilon}_0$ | $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | [DUNL07] |
| $\hat{\varepsilon}_0$ | $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | $1 \times 10^{-5} \text{ s}^{-1}$ | [DUNL07] |
| k | $1,17 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ | $1,17 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ | |
| k_1 | 10^7 m^{-1} | 10^8 m^{-1} | |
| k_2^0 | 8,9 | 8,9 | |
| M | 3,2 | 3,02 | [DUNL07, KO06] |
| n | 50 | 50 | |
| ρ_0 | $9,34 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ | $9,34 \times 10^{12} \text{ m}^{-2}$ | [BEN13] |
| m | 33 | 40 | |

Tableau A-1. Paramètres du modèle choisis pour les échantillons DT et DL.

Justification du choix des paramètres :

- La friction de réseau τ_f est estimée à partir de nos valeurs de limites élastiques et des données de la littérature. Elle est prise légèrement plus faible pour les échantillons DL afin de traduire la plus grande proportion de glissement prismatique (facile) observé dans ces échantillons (voir Chap. 4).

- k est estimé en considérant un libre parcours moyen des dislocations inférieur à la taille de grain moyenne du matériau ($9 \mu\text{m}$). L'action des joints de grains est supposée être la même entre les deux orientations.
- Afin de pouvoir reproduire la différence de taux d'écrouissage entre les orientations DT et DL, nous avons dû choisir $k_1^{DL} > k_1^{DT}$. Cette relation traduit une multiplication plus rapide des dislocations dans les échantillons DL qui pourrait se justifier par une plus grande facilité à la multiplication des dislocations dans les systèmes prismatiques que dans les systèmes pyramidaux (voir notre hypothèse du Chap. 4).
- Etant donné que la distance d'annihilation (correspondant au produit $k_2 \times b$) ne dépend a priori pas de la texture, on choisit une même valeur de k_2^0 pour les deux orientations. La distance d'annihilation doit respecter un ordre de grandeur de quelques b . Sa valeur est ici choisie de manière à éviter une saturation trop rapide de la densité de dislocation avec l'augmentation de la déformation plastique.
- La relation $M_{DT} > M_{DL}$ traduit une orientation globalement plus favorable au glissement pour les échantillons DL telle que constatée par analyse des facteurs de Schmid (voir Chap. 4).
- La valeur de n est ajustée grâce à l'équation A-4.
- m représente l'inverse de la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. Cet exposant est directement estimé à partir des relations expérimentales entre limite élastique et vitesse de déformation appliquée ($m_{DL} > m_{DT}$, voir Figure 4-3).

A.3. Comparaison des prévisions du modèle et des résultats expérimentaux

La Figure A-1 présente la comparaison des courbes contrainte-déformation et de la courbe d'écrouissage obtenues par le modèle et de la courbe expérimentale pour deux échantillons DT et DL déformés à $8 \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. A cette vitesse de déformation, le comportement en trois stades est le plus marqué pour l'échantillon DT ((a) et (c)) et le moins marqué pour l'échantillon DL ((b) et (d)).

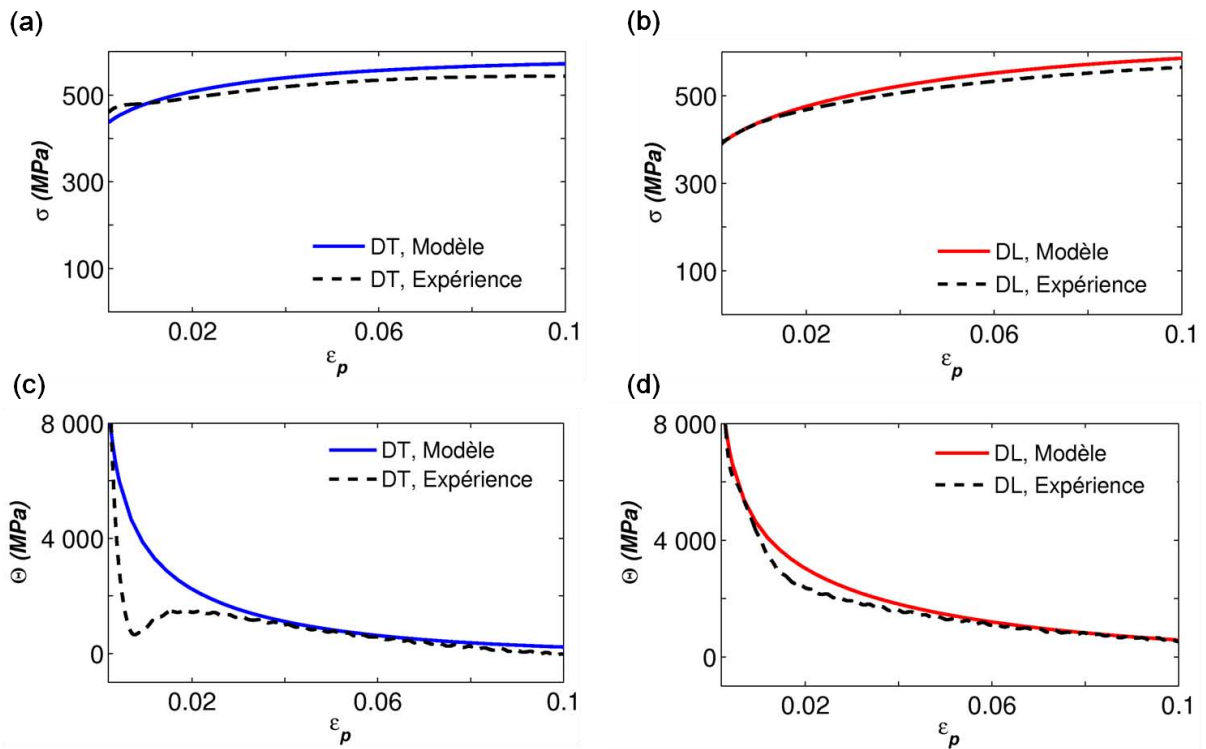


Figure A-1. Comparaison des prévisions du modèle et des résultats expérimentaux : présentation des courbes de contrainte-déformation ((a) et (b)) et d'écroutissage ((c) et (d)) pour des échantillons déformés à $\dot{\varepsilon}_a \times 10^{-3} \text{s}^{-1}$. (a) et (c) :Ti_07 (DT) ; (b) et (d) :Ti_19 (DL)

Comme attendu, le modèle ne permet pas de reproduire les stades A et B vu que le taux d'écroutissage ne peut que décroître de manière monotone avec la déformation (équation A-8). Par contre le stade C est bien décrit, comme le montre par ailleurs la Figure A-2 sur laquelle sont superposées toutes les courbes d'écroutissage obtenues par le modèle pour chaque orientation et chaque vitesse de déformation.

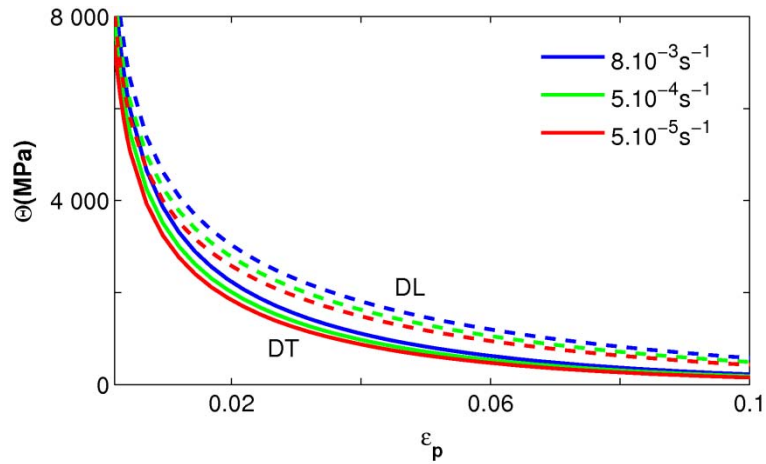


Figure A-2. Comparaison des courbes d'écroissage obtenues par le modèle, pour chaque orientation et chaque vitesse de déformation. Les courbes en trait plein se réfèrent aux échantillons DT, celles en pointillés aux échantillons DL.

On constate au travers de cette figure que toutes les courbes sont bien parallèles au stade C comme on le retrouve dans les résultats expérimentaux. Cela renforce la conjecture selon laquelle le mécanisme dominant est, pour les deux orientations, le glissement des dislocations. On remarque par ailleurs que si l'effet de la vitesse de déformation sur le taux d'écroissage est reproduit dans le cas des échantillons DL, ce n'est pas le cas pour les échantillons DT, dans la mesure où la densité de dislocation est systématiquement plus élevée lorsque la vitesse de déformation augmente. On constate également que $\Theta_{DL} > \Theta_{DT}$, ce qui est la conséquence directe d'une multiplication des dislocations supposée plus rapide pour les échantillons DL ($k_1^{DL} > k_1^{DT}$) (voir Figure A-3).

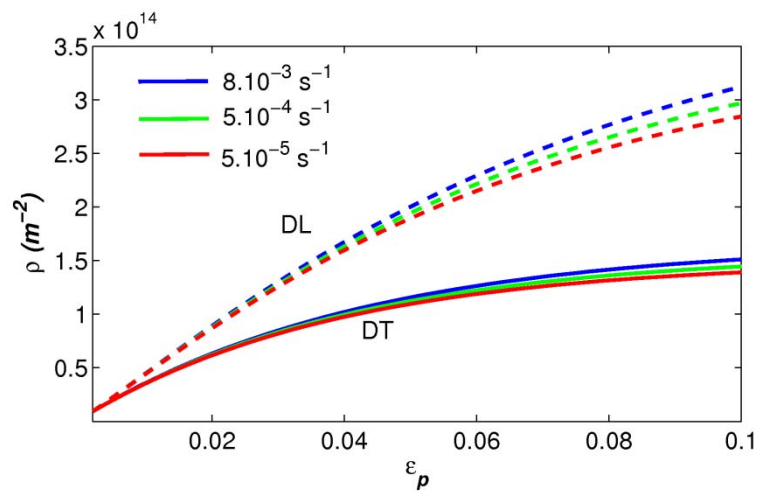


Figure A-3. Evolution de la densité de dislocations prédite par le modèle en fonction de la déformation plastique pour chaque orientation et chaque vitesse de déformation. Les courbes en trait plein se réfèrent aux échantillons DT, celles en pointillés aux échantillons DL.

Références

- ADL86 Adler P.H., Olson G.B., Owen W.S., Metall. Trans. A 17 (1986) 1725–1737.
- AGN05 Agnew S.R., Duygulu Ö., Int. J. Plast. 21 (2005) 1161-1193.
- ALF08 Al-Fadhalah K.J.H., Li C.-M., Beaudoin A.J., Korzekwa D.A., Robertson I.M., Acta Mater. 56 (2008) 5764–5774.
- ALL04 Allain S., Thèse de doctorat, Ecole des Mines de Nancy (2004).
- ALL08 Allain S., Cugy P., Scott C., Chateau J.-P., Rusinek A., Deschamps A., Int. J. Mat. Res. 99 (2008) 734–738.
- ALL11 Allain S., Bouaziz O., Lebedkina T., Lebyodkin M., Scr. Mater. 64 (2011) 741–744.
- ANA07 Ananthakrishna G., Phys. Rep. 440 (2007) 113-259.
- ANA95 Ananthakrishna G., Fressengeas C., Grosbras M., Vergnol J., Engelke C., Plessing J., Neuhauser H., Bouchaud E., Planes J., Kubin L.P., Scr. Metall. Mater. 32 (1995) 1731-1737.
- ANA99 Ananthakrishna G., Noronha S.J., Fressengeas C., Kubin L.P., Phys Rev E 60 (1999) 5455-5462.
- AND85 Andronov V.M., Bibik Z.I., Myshlyaev M.M., Natsik V.D., Senkov O.N., Russ. Metallofizika 5 (1985) 186.
- ASG97 Asgari S., El-Danaf E., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Metall. Mater. Trans. A 28 (1997) 1781–1795.
- AUE98 Aué J., de Hosson J.T.M., J. Mater. Sci. 33 (1998) 5455-5462.
- BAK88 Bak P., Tang C., Wiesenfeld K., Phys. Rev. A 38 (1988) 364.
- BAK96 Bak P., *How nature works : the science of self-organized criticality*. Ed.: Springer-Verlag, New York (1996).
- BAL00 Balik J., Lukac P., Kubin L.P., Scripta Mater. 42 (2000) 465-471.
- BAL70 Balluffi R.W., Phys. Stat. Sol. 41 (1970) 11.
- BARB09a Barbier D., Gey N., Allain S., Bozzolo N., Humbert M., Mater. Sci. Eng. A 500 (2009) 196–206.
- BARB09b Barbier D., Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine de Metz, 2009

- BARN04 Barnett M.R., Keshavarz Z., Beer A.G., Atwell D., *Acta Mater.* 52 (2004) 5093-5103.
- BARN07 Barnett M.R., *Mat. Sci. Eng. A* 464 (2007) 1-7.
- BARN12 Barnett M.R., Nave M.D., Ghaderi A., *Acta Mater.* 60 (2012) 1433-1443.
- BARN13 Barnett M.R., *An analytical model for $\{10\bar{1}2\}$ twinning in Mg alloy AZ31*, communication, “International Workshop on Twinning in Metals”, Metz, 12-13 Novembre 2013.
- BAS97 Basinski Z.S., Szczerba M.S., Niewczas M., Embury J.D., Basinski S.J., *Rev. Metall.* 94 (1997) 1037-1043.
- BEC13 Becker H., Pantleon W., *Comp. Mat. Sci.* 76 (2013) 52-59.
- BEL09 Belotteau J., Berdin C., Forest S., Parrot A., Prioul C., *Mater. Sci. Eng. A* 526 (2009) 156–165.
- BEL57 Bell R.L., Cahn R.W., *Proc. Roy. Soc. A* 239 (1957) 494-521.
- BEN13 Benmhenni N., Bouvier S., Brenner R., Chauveau T., Bacroix B., *Mater. Sci. Eng. A* 573 (2013) 222-233.
- BER84 Bergé P., Pomeau Y., Vidal C., *Order within chaos, towards a deterministic approach to turbulence*. Ed.: Wiley, New York (1984)
- BEU75 Van den Beukel A., *Phys Stat. Sol A* 30 (1975) 197-206.
- BHA02 Bharatha M.S., Lebyodkin M., Ananthakrishna G., Fressengeas C., Kubin L.P., *Acta Mater.* 50 (2002) 2813-2824.
- BOB83 Bobrov V.S., Lebedkin M.A., *JETP Lett.* 38 (7) (1983) 400-404.
- BOUA01 Bouaziz O., Guelton N., *Mater. Sci. Eng. A* 319 (2001) 246–249.
- BOUA08 Bouaziz O., Allain S., Scott C., *Scr. Mater.* 58 (2008) 484–487.
- BOUA11 Bouaziz O., Allain S., Scott C.P., Cugy P., Barbier D., *Curr. Opin. Solid State Mater. Sci.* 15 (2011) 141–168.
- BOUG10 Bougherira Y., Entemeyer D., Fressengeas C., Kobelev N.P., Lebedkina T.A., Lebyodkin M.A., *J. Phys.: Conf. Series* 240 (2010) 012009 1-4.
- BOUG11 Bougherira Y., Thèse de doctorat, Université Paul Verlaine-Metz (2011).
- BRA07 Bracke L., Penning J., Akdut N., *Metall. Mater. Trans. A* 38A (2007) 520–528.
- BRA09 Bracke L., Kestens L., Penning J., *Scripta Mater.* 61 (2009) 220–222.
- BRI69 Brindley B. J., Worthington P. J., *Scripta metall.* 17(1969) 1357.

- BUN82 Bunge H.J., Texture analysis in materials science: mathematical methods. Ed.: Butterworths, London (Royaume-Uni) 1982.
- CAP09 Capolungo L., Marshall P.E., McCabe R.J., Beyerlein I.J., Tomé C.N., *Acta Mater.* 57 (2009) 6047-6056.
- CHA10 Chateau J.P., Lebedkina T.A., Lebyodkin M.A., Jacques A., Allain S., *Journal of Physics: conference series 240 (ICSMA-15)* (2010).
- CHE13 Chen L., Zhao Y., Qin X., *Acta Metall. Sin.*, 26 (1) (2013) 1-15.
- CHIC98 Chichili D.R., Ramesh K.T., Hemker K.J., *Acta Mater.* 46 (3) (1998) 1025-1043.
- CHIH86 ChihabK., Thèse de Doctorat, Université de Poitiers (1986).
- CHR95 Christian J.W., Mahajan S., *Prog.Mater. Sci.* 39 (1995) 1–157.
- CLA09 Clauset A., Shalizi C., Newman M., *SIAM Rev.* 51 (4) (2009) 661-703.
- COG12 Coghe F., Tirry W., Rabet L., Schryvers D., Van Houtte P., *Mater. Sci. Eng. A* 537 (2012) 1-10.
- CON85 Considère A., Mémoire sur l'emploi de fer et de l'acier dans les constructions, *Annales des Ponts et Chaussées*, 9 (1885) 574-775.
- COT91 Cote P.J., Meisel L.V., *Phys. Rev. Lett.* 67 (1991) 1334-1337.
- DAB98 Dablij M., Thèse de doctorat, Université de Metz (1998).
- DAN12 Dancette S., Delannay L., Renard K., Melchior M.A., Jacques P.J., *Acta Mater.* 60 (2012) 2135-2145.
- DAR07 Darowicki K., Orlikowski J., Zieliński A., Jurczak W., *Comput. Mater. Sci.* 39, (2007) 880-886.
- DAS81 Dastur Y.N., Leslie W.C., *Metall. Trans. A* 12 (1981) 749–759.
- DEC12 De Cooman B.C., Kim J., Lee S., *Scripta Mater.* 66 (2012) 986–991.
- DIM06 Dimiduk D. M., Woodward C., LeSar R., Uchic M. D., *Science* 312 (2006) 1188-1190.
- DOE52 Doepken H.C., *J. Met.* 194 (1952) 166.
- DON73 DonerM., ConradH., *Metall. Trans.* 4 (1973) 2809-2817.
- DUNL07 Dunlop J.W., Bréchet Y.J.M., Legras L., Estrin Y., *Mater. Sci. Eng. A*, 443 (2007) 77–86.
- DUNA12 Dunand-ChâtelletC., Thèse de doctorat, Ecole Polytechnique, France (2012).

- ELD01 El-Danaf E., Kalidindi S.R., Doherty R.D., *Int. J. Plast.* 17 (2001) 1245–1265.
- ELD99 El-Danaf E., Kalidindi S.R., Dohert R.D., *Metall. Mater. Trans. A* 30 (1999) 1223–1233.
- EST80 Estrin Y., Kubin L.P., *Scripta Metall.* 14 (1980) 1359-1364.
- EST86 Estrin Y., Kubin L.P., *Acta Metall. Mater.* 34 (1986) 2455.
- EST89 Estrin Y., Kubin L.P., *J.Mech. Behavior Mater.* 2 (1989) 255-292.
- FAI03 Faillettaz J., Thèse de doctorat, Université Joseph Fourier de Grenoble (2003).
- FIS64 Fisher E.S., Renken C., *Phys. Rev.* 135 (1964) A482-A494.
- FREN26 Frenkel J., *Z. Physik* 37 (1926) 572.
- FRES09 Fressengeas C., Beaudoin A.J., Entemeyer D., Lebedkina T., Lebyodkin, M., Taupin V., *Phys. Rev. B* 79 (2009) 014108 1-10.
- FRI64 Friedel J. *Dislocations*. Ed.: Pergamon Press Ltd., Oxford (Royaume-Uni) (1964).
- GHA11 Ghaderi A., Barnett M.R., *Acta Mater.* 59 (2011) 7824-7839.
- GIL09 Gil Sevillano J., *Scr. Mater.* 60 (2009) 336–339.
- GON09 Gong J., Wilkinson A.J., *Acta Mater.* 57 (2009) 5693-5705.
- GUR11 Gurao N.P., Kapor R., Suwas S., *Acta Mater.* 59 (2011) 3431–3446.
- GUT10 Gutierrez-Urrutia I., Zaefferer S., Raabe D., *Mater. Sci. Eng. A* 527 (2010) 3552–3560.
- GUT11 Gutierrez-Urrutia I., Raabe D., *Acta Mater.* 59 (2011) 6449–6462.
- GUT56 Gutenberg B., Richter C.F., *Ann. Geofis.* 9 (1956) 1-15.
- HAD88 HadfieldR.A., *Science* 12 (1888) 284.
- HAL51 Hall E.O., *Proceedings of the Physical Society* 64 (1951) 747-753
- HUL01 Hull D., Bacon D.J., *Introduction to dislocations*. Ed.: Butterworth-Heinemann, Oxford (Royaume-Uni) – 4ème edition (2001).
- IDR09 Idrissi H., Ryelandt L., Veron M., Schryvers D., Jacques P.J., *Scripta Mater.* 60(11) (2009) 941–944.
- IDR10a IdrissiH., RenardK., RyelandtL., SchryversD., JacquesP.J., *Acta Mater.* 58 (2010)2464–2476.

- IDR10b Idrissi H., Renard K., Schryvers D., Jacques P.J., Scripta Mater. 63 (2010) 961-964.
- JIA08 Jiang J., Godfrey A., Liu W, Liu Q., Mater. Sci. Eng. A 483-484 (2008) 576-579.
- KAI94 Kailas S.V., Prasad Y.V.R.K., Biswas S.K., Metall. Mater. Trans A 25A (1994) 1425-1434.
- KAL03 Kalidindi S.R., Salem A.A., Doherty R.D., Adv. Eng. Mater. 5 (2003) 229-232.
- KAL97 Kalidindi S.R., Exp. Mech. 37 (1997) 210-215.
- KAR00 Karaman I., Sehitoglu H., Gall K., Chumlyakov Y.I., Maier H.J., Acta Mater 48 (2000) 1345–1359.
- KIM09 Kim J.K., Chen L., Kim H.S., Kim S.K., Estrin Y., De Cooman B.C., Metall. Mater. Trans. A (2009) 3147-3158.
- KIM10 Kim J., Estrin Y., Beladi H., Kim S., Chin K., De Cooman B.C., Mater. Sci. Forum 654–656 (2010)270-273.
- KO06 Ko Y.G., Shin K.H., Park K-T., Lee C.S., Scripta Mater. 54 (2006) 1785–1789.
- KOC03 Kocks U.F., Mecking H., Prog. Mater. Sci. 48 (2003) 171–273.
- KOC75 Kocks U.F., J. Eng. Mater-T ASME 98 (1975) 79–85.
- KOR81 Korbela., DybiecH., Acta Metall. 29 (1981) 89 – 93.
- KRI80 Krishnamurthy S., Reed-Hill R.E., Metall. Trans. A 11 (1980) 565–572.
- KUB02 Kubin L., Fressengeas C., Ananthakrishna G., in: Nabarro FRN, Duesbery MS (Eds.), Dislocations in solid, vol. 11. Amsterdam: Elsevier; 2002, pp. 101-192
- KUB71 Kubin L.P., Jouffrey B., Phil. Mag. 24 (188) (1971) 437–449.
- KUB85 Kubin L.P., Estrin Y., Acta metall. 33 (1985) 397-407.
- KUB90 Kubin L.P., Estrin Y., Acta Metall. Mater 38 (5) (1990) 697-708.
- KUG04 Kugiumtzis D., Kehagias A., Aifantis E.C., Neuhäuser H., Phys. Rev. E, 70, (2004) 036110 1-11.
- KUN08 Kuntz M. Thèse de doctorat, Université de Stuttgart(2008).
- LEBE08 Lebedkina T. A., Lebyodkin M. A., Acta Mater. 56 (2008) 5567-5574.
- LEBE09 Lebedkina T.A., Lebyodkin M.A., Chateau J.-Ph., Jacques A., Allain S., Mater. Sci. Eng. A 519 (2009) 147–154.

- LEBY01 Lebyodkin M., Fressengeas C., Ananthakrishna G., Kubin L.P., Mater. Sci. Eng. A 319-321 (2001) 170-175.
- LEBY02 Lebyodkin M. A., Dunin-Barkovskii L. R., Lebedkina T. A. JETP Lett. 76 (2002) 612-615.
- LEBY05 Lebyodkin M., Estrin Y., Acta Mater. 53 (2005) 3403-3413.
- LEBY08 Lebyodkin M.A., Lebedkina T.A., Phys. Rev. E 77 (2008) 026111 1-8.
- LEBY12a Lebyodkin M.A., Kobelev N.P., Bougherira Y., Entemeyer D., Fressengeas C., Lebedkina T.A., Shashkov I.V., Acta Mater. 60 (2012) 844-850.
- LEBY12b Lebyodkin M.A., Kobelev N.P., Bougherira Y., Entemeyer D., Fressengeas C., Gornakov V.S., Lebedkina T.A., Shashkov I.V., Acta Mater. 60 (2012) 3729-3740.
- LEBY13 Lebyodkin M.A., Shashkov I.V., Lebedkina T.A., Mathis K., Dobron P., Chmelik F., Phys. Rev. E 88 (2013) 042402 1-8.
- LEBY95 Lebyodkin M.A., Brechet Y., Estrin Y., Kubin L.P., Phys. Rev. Lett 74 (23) (1995) 4758-4761.
- LECH09 Le Chatelier F., Rev. Metall. 6 (1909) 914.
- LECO97 Lecomte J.S., Philippe M.J., Klimanek P., Mat. Sci. Eng. A 234-236 (1997) 869-872.
- LEE11 Lee S.J., Kim J., Kane S.N., De Cooman B.C., Acta Mater 59 (2011) 6809-6819.
- LER07 Le Roux J., Techniques de l'Ingénieur AF1441 (2007).
- LI13 Li H., Mason D.E., Yang Y., Bieler T.R., Crimp M.A., Boehlert C.J., Phil. Mag., 93 (21) (2013) 2875-2895.
- LIA09 Liang X., McDermid J.R., Bouaziz O., Wang X., Embury J.D., Zurob H.S., Acta Mater. 57 (2009) 3978–3988.
- LUB85 Lubenets S.V., Startsev V.I., Fomenko L.S., Phys. Stat. Sol. A 92 (1) (1985) 11-55.
- LUD60 Lüders W., Dinglers Polytech. J. 155 (1860) 18.
- MAL74 Malygin G.A., Phys. Stat. Sol. (b), 61 (1) (1974) K45-K48.
- MAL75 Malygin G.A., Fizika Metallov i Metallovedenie 40 (1) (1975) 21-28.

- MAT04 Matizen E.V., Ishikaev S.M., Oboznov V.A., J. Exp. Theor. Phys. 99 (2004) 1065-1073.
- MCCO72 McCormick P.G., Acta Metall. 20 (1972) 351-354.
- MCD09 McDonald R. J., thèse de doctorat, University of Illinois at Urbana-Champaign, USA (2009).
- MEC81 Mecking H., Kocks U.F., Acta Metall. 29 (1981) 1865-1877.
- MEY01 Meyers M.A., Vöhringer O., Lubarda V.A., Acta Mater. 49 (2001) 4025–4039.
- MIG01 Miguel M.C., Vespignani A., Zapperi S., Weiss J., Grasso J.R., Nature 410 (2001) 667-671.
- MOR11 Morita M., Umezawa O., Mater. Trans. 52 (8) (2011) 1595-1602.
- MUD11 Mudrock R.N., Lebyodkin M.A., Kurath P., Beaudoin A.J., Lebedkina T.A., Scr. Mater. 65 (2011) 1093–1096.
- MUG99 Mügge O., Nachr. Königl. Ges. Wiss. Göttingen. Math. Phys. K1 (1899) 56.
- MUL79 Mulford R.A., Kocks U.F., Acta Metall. 27 (1979) 1125–1134.
- MUR12 Murasawa G., Morimoto T., Yoneyama S., Exp. Mech. 52 (2012) 503-512.
- NAK70 Nakada Y., Keh A.S., Acta Metall. 18 (1970) 437–443.
- NAK83 Naka S., Thèse de doctorat, Onera, Université de Paris-Sud (1983).
- NEM99 Nemat-Nasser S., Guo W. G., Cheng J. Y., Acta Mater. 47 (13) (1999) 3705-3720.
- NIE12 Niendorf T., Rüsing C.J., Frehn A., Chumlyakov Y.I., Maier H.J., Scripta Mater. 67 (2012) 875-878.
- NIX10 Nixon M.E., Cazacu O., Lebensohn R.A., Int. J. Plast. 26 (2010) 516-532.
- OBS98 Obst B., *Basic Aspects of Tensile Properties*, in Handbook of Applied Superconductivity, Ed.:B. Seeber, IOP Publishing LTD, (1998)969-993.
- ORO40 Orowan E., Proc. Phys. Soc. 52 (1940) 8-22.
- OTT57 Otte H.M.,Acta. Metall. 5(1957) 614-627.
- PAQ01 Paquin A., Berbenni S., Favier V., Lemoine X., Berveiller M., Int. J. Plast. 17 (2001) 1267-1302.
- PEN72 PenningP., Acta Metall. 20 (1972) 1169–1175.
- PET53 Petch N.J., Journal of Iron Steel Institute 174 (1953) 25-28.

- PIO42 Piobert A., Mem. de l'artillerie 5 (1842) 525.
- POR23 Portevin A., Le Chatelier F., C. R. Acad. Sci. Paris. 167 (1923) 507.
- POT12 Poty A., Raulot J.-M., Xu H., Bai J., Schuman C., Lecomte J.-S., Philippe M.-J., Esling C., J. Appl. Phys. 110 (2011) 014905 1-15.
- RAG69 Raghavan K.S., Sastri A.S., Marcinkowski M.J., Trans. AIME. 245 (1969) 1569.
- REE64 Reed-Hill R.E., in: R. E. Reed-Hill, J. P. Hirth, H. C. Rogers (Eds.), Deformation twinning, Gordon and Breach science, New-York, 1964, pp. 295-320.
- REE73a Reed-Hill R. E., in: R. E. Reed-Hill (Eds.), Inhomogeneity of Plastic Deformation, Am. Soc. Metals, Metals Park, Ohio, 1973, pp. 285-311.
- REE73b Reed-Hill R.E., Physical Metallurgy Principles, D. Van Nostrand Company, New York, 1973.
- REE95 Reed-Hill R.E., Iswaran C.V., Kaufman M.J., Scripta Metall. Mater. 33 (1995) 157-162.
- REM75 Rémy L., Thèse de doctorat, Université Paris Sud (1975).
- REM77 Rémy L., Acta Metall. 25 (1977) 711-716.
- REM78 Rémy L., Acta Metall. 26 (1978) 443-451.
- REN10 Renard K., Ryelandt S., Jacques P.J., Mater. Sci. Eng. A 527 (2010) 2969-2977.
- REN12 Renard K., Jacques P.J., Mater. Sci. Eng. A 542 (2012) 8-14.
- RIC05 Richeton T., Weiss J., Louchet F., Nature Mater. 4(6) (2005) 465-469.
- RIC06a Richeton T., Dobron P., Chmelik F., Weiss J., Louchet F., Mater. Sci. Eng. A 424 (2006) 190-195.
- RIC06b Richeton T., Thèse de doctorat, INP Grenoble (2006).
- RIZ04 Rizzi E., Hähner P., Intern. J. Plast. 20 (2004) 121-164.
- ROB64 Roberts W.N., Trans. AIME. 230 (1964) 372.
- SAL02 Salem A.A., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Scripta Mater. 46 (2002) 419-423.
- SAL03 Salem A.A., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Acta Mater. 51(2003) 4225-4237.
- SAL06 Salem A.A., Kalidindi S.R., Doherty R.D., Semiatin S.L., Metall. Mater. Trans. A 37 (2006) 259-268.

- SAR08 Sarkar A., Webber C.L. Jr., Barat P., Mukherjee P., Phys. Lett. A 372 (2008) 1101-1105.
- SAR12 Sarker D., Chen D.L., Scripta Mater. 67 (2012) 165-168.
- SAS73 Sastri A.S., Proceedings de ICSMA 3. Cambridge (Royaume-Uni) (1973) 596.
- SCH72 Schumann V.H. Neue Hütte 17 (1972) 605–609.
- SCH74 Schwartz R., Mitchell J., Phys. Rev. B 9 (1974) 3292-3299.
- SHA12a Shashkov I., Thèse de doctorat, Université de Lorraine (2012).
- SHA12b Shashkov I.V., Lebedkina T.A., Lebyodkin M.A., Dobron P., Chmelik F., Kral R., Parfenenko K., Mathis K., Acta Phys. Pol. A 122 (2012) 430-434.
- SHA12c Shashkov I.V., Lebyodkin M.A., Lebedkina T.A., Acta Mater. 60 (2012) 6842-6859.
- SHU92 Shun T.S., Wan C.M., Byrne J.G., Acta Metall. Mater. 40 (1992) 3407–3412.
- SIN92 Singh R.P., Doherty R.D., Metall. Trans. A 23 (1992) 307–319.
- TRO07 Trojanova Z., Caceres C.H., Scripta Mater. 56 (2007) 793-796.
- VAN26 Van der Pol B., Philos. Mag. Series 7 2 (11) (1926) 978-992.
- VIN03 Vinogradov A., Lazarev A., Linderov M., Weidner A., Biermann H., Acta Mater 61 (2013) 2434-2449.
- VIV94 Vives E., Ortin J., Manosa L., Rafols I., Pérez-Magrané R., Planes A., Phys. Rev. Lett. 72 (1994) 1694.
- VOL07 Volterra V., Ann. Ecole Norm. Super. 24 (1907) 400.
- WAN03 Wang Y.N., Huang J.C., Mater. Chem. Phys. 81 (2003) 11-26.
- WAN11 Wang H., Berdin C., Mazière M., Forest S., Prioul C., Parrot A., Le-Delliou P., Scripta Mater. 64 (2011) 430-433.
- WAN12 Wang B., Xin R., Huang G., Liu Q., Mater. Sci. Eng. A 534 (2012) 588–593.
- WAR12 Warwick J.L.W., Jones N.G., Rahman K.M., Dye D., Acta Mater. 60 (2012) 6720–6731.
- WEI01 Weiss J., Grasso J-R., Miguel M-C., Vespignani A., Zapperi S., Mater. Sci. Eng. A 309-310 (2001) 360-364.
- WEI07 Weiss J., Richeton T., Louchet F., Chmelik F., Dobron P., Entemeyer D., Lebyodkin M., Lebedkina T., Fressengeas C., McDonald R., Phys. Rev 76 (2007) 2241140 1-8.

- WEI97 Weiss J., Grasso J.R., J. Phys. Chem.B 101 (1997) 6113-6117.
- WEL98 WelzelG., PlessingJ., NeuhäuserH., Phys. Stat. Sol. (a) 166 (1998) 791-804.
- WHI62 White C.H., Honeycomb RWK. JISI 200 (1962) 457.
- ZAI08 Zaiser M., Schwerdtfeger J., Schneider A.S., Frick C.P., Clark B.G., Gruber P.A., Arzt E., Phil. Mag. 88 (2008) 3861-3874.
- ZAI97 Zaiser M., Hähner P., Phys. Status Solidi B 199 (1997) 267-330.
- ZUE07 Zuev L.B., Ann. Phys. 16 (4) (2007) 286-310.
- ZUE09 Zuev L.B., Danilov V.I., Barannikova S.A., Gorbatenko V.V., Physics of Wave Phenomena 17 (1) (2009) 66-75.
- ZUE97 Zuev L.B., Danilov V.I., Int. J. Solids Struct. 34 (1997) 3795-3805.

Étude multi-échelles de l'hétérogénéité et de l'anisotropie de la déformation plastique : cas des aciers TWIP et du Ti- α .

Résumé

Les mécanismes de glissement des dislocations et de maclage se manifestent et interagissent lors de la déformation plastique de nombreux matériaux mais n'induisent cependant pas toujours le même comportement. Le rôle de ces deux mécanismes dans l'hétérogénéité et l'anisotropie de la déformation plastique est discuté dans cette thèse au travers d'une étude multi-échelles de deux matériaux à fort potentiel industriel : un acier austénitique présentant l'effet TWIP (TWinning Induced Plasticity) et le titane- α commercialement pur. Si dans les deux cas, le glissement des dislocations reste prépondérant pour accommoder la déformation plastique, le rôle de chaque mécanisme n'est pourtant pas clairement établi. La caractérisation de chaque matériau s'est faite grâce à des essais de traction à température ambiante (échelle macroscopique), couplés à des mesures d'extensométrie locale à haute résolution et d'émission acoustique (échelles mésoscopique) ainsi que des analyses de microstructure. Ces études ont notamment montré que l'instabilité plastique qui se manifeste dans l'acier TWIP étudié émerge de manière progressive, bien avant la déformation critique pour l'apparition des premières fluctuations de contrainte sur les courbes de déformation. Par ailleurs, le rôle du maclage apparaît comme essentiel pour pouvoir expliquer le mécanisme de cette instabilité plastique. Concernant le titane- α , un écrouissage en trois stades dans des conditions de traction a été mis en évidence avec un effet inverse de la vitesse de déformation suivant la direction de traction par rapport à la texture initiale (sens laminage ou transverse). Le maclage ne semble ici jouer qu'un rôle secondaire. Une hypothèse de sensibilité à la vitesse de déformation différente entre glissement prismatique et pyramidal a alors été proposée pour expliquer nos observations. Enfin, cette hypothèse a été confrontée à l'estimation des systèmes de glissement actifs par des mesures de traces de glissement à différents taux de déformation.

Mots clés : plasticité cristalline, dislocations, maclage, multi-échelles, extensométrie locale, émission acoustique

Multiscale study of heterogeneity and anisotropy of plastic deformation: case of TWIP steels and Ti- α .

Abstract

Dislocation glide and twinning mechanisms occur and interact during plastic deformation of many materials, often leading to diverse behaviors. The role of both mechanisms on heterogeneity and anisotropy of plastic deformation is discussed in this thesis through a multiscale study of two materials with strong industrial potential: an austenitic steel displaying the TWIP (TWinning Induced Plasticity) effect, and commercially pure α -titanium. If in both cases, dislocation glide remains the dominating mechanism to accommodate plastic deformation, the role of each mechanism is still not well understood. Materials characterization consists of tensile tests at room temperature (macroscopic scale) associated with high resolution local extensometry and acoustic emission measurements (mesoscopic scales), as well as microstructure analyses. It is shown that plastic instability which takes place in the studied TWIP steel appears progressively, long before the critical strain for the onset of stress serrations on deformation curves. Moreover the role of twinning seems to be essential for the mechanism of plastic instability. Concerning α -titanium, a three-stage character of strain hardening in tension conditions is highlighted with an inverse effect of strain-rate regarding the tensile direction in relation with the initial texture (rolling or transverse direction). Twinning seems to play here only a secondary role. To explain these observations it is conjectured that the strain-rate sensitivity of stress is different for prismatic and pyramidal glide. Finally, this hypothesis is compared to the estimation of active slip systems based on the slip lines analysis at different strain levels.

Keywords : crystal plasticity, dislocations, twinning, multi-scale, local extensometry, acoustic emission