

## 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 <u>http://www.cfcopies.com/V2/leg/leg\_droi.php</u> <u>http://www.culture.gouv.fr/culture/infos-pratiques/droits/protection.htm</u> Ecole Doctorale Energie Mécanique MAtériaux



#### Présentée à



-L'UNIVERSITE PAUL VERLAINE DE METZ

Par

## **Bertrand PETIT**

## Pour l'obtention du grade de : Docteur de l'Université de Metz

SPECIALITE : Sciences des matériaux OPTION : Physique

## Etude du comportement mécanique et des modifications de texture et de microstructure induites par la transformation de phase γ-α' sous contrainte d'un acier AISI 304. Aspects expérimentaux et modélisations

Soutenue le 6 octobre 2006 à Metz, devant le jury composé de :

Saïd Ahzi	Professeur de l'Université de Strasbourg	Rapporteur
Paul Van Houtte	Professeur de l'Université de Louvain	Rapporteur
Esteban Busso	Professeur à l'Ecole des Mines de Paris	Examinateur
Olivier Bouaziz	Chercheur au centre de recherche d'ARCELOR	Invité
Jean-Christophe Glez	Chercheur au centre de Conception Solutions Aciers pour l'Automobile d'UGINE & ALZ (groupe ARCELOR)	Invité
Mohammed Cherkaoui	Professeur de l'Université de Metz	Directeur de thèse
Michel Humbert	Professeur de l'Université de Metz	Directeur de thèse
Nathalie Gey	Chargée de recherche au C.N.R.S.	Co-Encadrante

«Grad School: It seemed better than getting a real job...» PHDCOMICS.

#### REMERCIEMENTS

Il est sans aucun doute très injuste que les fruits de ce travail ne soient attribués qu'à un seul nom, tant la liste des personnes auxquelles je dois et sans lesquelles je n'aurais pas pu réaliser cette thèse, est longue. J'espère que cette page rétablira cette ingrate pratique.

En me donnant leur confiance, en partageant leurs connaissances et en me guidant à travers de longues discussions animées, Messieurs Michel Humbert et Mohammed Cherkaoui ainsi que Madame Nathalie Gey m'ont permis de mener à son terme, ce travail ambitieux qu'est la réalisation d'une thèse. Je les en remercie profondément.

Je tiens ensuite à exprimer ma reconnaissance à Bernard Bolle qui a su me montrer le scepticisme et la rigueur qu'a besoin un expérimentateur pour mettre à jour les faits. Ma gratitude va également à Messieurs Farid Abed-Meraim et Tarak Ben-Zineb qui m'ont conduit à travers les tumultueuses routes qui mènent à la modélisation.

Mes remerciements, pour la structure et les moyens mis à ma disposition pour mener ce projet, vont naturellement aux directeurs du LETAM et du LPMM, Messieurs Francis Wagner et Etienne Patoor ainsi qu'à tout le personnel technique de ces laboratoires.

Ce travail de thèse ne trouvera aucune reconnaissance et utilité s'il n'est pas expertisé et rapporté avec soin. Je remercie ainsi, Messieurs Paul Van Houtte et Saïd Ahzi d'avoir accepté d'étudier ce mémoire ainsi que Monsieur Esteban Busso de l'examiner.

Je tiens également à montrer ma gratitude à Messieurs Jean-Christophe Glez et Olivier Bouaziz, pour d'une part, nos enrichissantes discussions, et d'autre part, pour avoir accepté d'être présents lors de la soutenance de cette thèse.

Qu'ils ne soient point oubliés ici, la Région Lorraine et le C.N.R.S. pour leur soutien financier.

Finalement, je tiens à témoigner toute mon affection aux personnes qui ont su être présentes pour me soutenir ou partager les moments intenses de ces trois années de thèse. Encore une fois la liste est longue mais ce témoignage vise plus particulièrement mes parents pour m'avoir mené là, Stéphanie pour son attention et sa disponibilité, ainsi que Juan David, pour nos nombreux éclats de rire et les autres « visions du monde » qu'il a su m'apporter.

Pour ceux qui n'ont pas trouvé leur nom dans cette longue liste et qui ont contribué à ce travail, je les en remercie et m'excuse de cet inacceptable oubli.

## **SOMMAIRE**

Introduction générale	7

## <u>Chapitre 1 – Etude bibliographique</u>

<u>11</u>

# Partie I: Rappels concernant la transformation martensitique – influence d'un chargement thermomécanique

1.1.	Aspects thermodynamiques	14
1.1.1.	Influence de la température	14
1.1.2.	Influence d'une contrainte appliquée	15
1.2.	Aspects cristallographiques	17
1.2.1.	Changement de structure	17
1.2.2.	Relations d'orientations $\gamma / \alpha'$ et plans d'habitat	18
1.2.3.	Déformation de transformation	19
1.3.	Conséquence sur les propriétés mécaniques : Plasticité de transformation	20
1.3.1.	Plasticité de transformation	20
1.3.2.	Le modèle de Greenwood et Johnson	22
1.3.3.	Le modèle de Magee	23
1.3.4.	Modélisation du comportement mécanique des matériaux à effet TRIP	23

# *Partie II : Rappels bibliographiques concernant les aciers austénitiques instables : cas particulier de l'acier AISI 304*

1.4.	Les aciers austénitiques instables	26
1.4.1.	Les différentes familles par composition chimique	26
1.4.2.	L'acier inoxydable austénitique : AISI 304	27
1.5.	Mécanismes de déformation de l'austénite	28
1.5.1.	Energie de fautes d'empilement et influence sur la dissociation des dislocations	28
1.5.2.	Le maclage mécanique	30
1.5.3.	La transformation de phase $\gamma \rightarrow \varepsilon$	32
1.5.4.	La transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$	33
1.5.5.	Interaction entre les différents systèmes	34
1.6.	Comportement mécanique et microstructures de l'acier AISI 304	35

## **Chapitre 2 – Techniques et méthodes expérimentales** 45

2.1.	Matériau	48
2.2.	Essais de traction	49
2.2.1.	Dispositif et protocole des essais de traction	49
2.2.2.	Représentation des données	50
2.3.	Texture cristallographique	51
2.3.1.	Orientation d'un cristal	51
2.3.2.	Fonction de densité des orientations	53
2.4.	Détermination de texture par diffraction de rayons X	55
2.4.1.	Diffraction des rayons X	55
2.4.2.	Densité de pôles	56
2.4.3.	Le goniomètre de texture	57
2.4.4.	Détermination de f(g) à partir de figures de pôles	58
2.4.5.	Paramètres de réglage utilisés pour la détermination des textures	59
2.5.	Analyse quantitative de phases	60
2.5.1.	Acquisition de diffractogrammes intégrés	60
2.5.2.	Traitement des diffractogrammes	60
2.5.3.	Modalités et paramètres expérimentaux retenus	62
2.6.	La technique E.B.S.D.	64
2.6.1.	Principe de la méthode	64
2.6.2.	Dispositif expérimental	64
2.6.3.	Exploitation des données	65

## <u>Chapitre 3 – Résultats expérimentaux</u>

3.1.	Essais de traction à température ambiante et à -60°C	72
3.2.	Cinétique de transformation de phase	74
3.3.	Evolution de la texture austénitique et martensitique	
3.3.1.	Evolution de texture à la température de –60°C	80
3.3.2.	Evolution de texture à la température ambiante (≈20°C)	83
3.4.	Analyse des microstructures et des textures locales par E.B.S.D	85
3.4.1.	Déformation à la température de -60°C	85
3.4.2.	Déformation à la température ambiante	98

<u>69</u>

### Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$ associés, de l'acier AISI 304 à la température de -60°C

4.1.	Analyse de la texture de la martensite α'	114
4.1.1.	Rappel de la texture austénitique à 10% de déformation	114
4.1.2.	Rappel des textures martensitiques	115
4.1.3.	Mise en évidence de la sélection de variantes de martensite	116
4.1.4.	Analyse de la sélection de variantes observée	120
4.2.	Mécanismes de transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha$ ' en présence de martensite $\epsilon$	122
4.2.1.	Conception de la transformation de phase selon les théories phénoménologiques.	122
4.2.2.	Approche de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ ' selon Kelly	124
4.2.3.	Conception de la transformation de $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$	126
4.3.	Simulations de la sélection de variantes	129
4.3.1.	Modèles de sélection de variantes	129
4.3.2.	Modélisation de la sélection de variantes	130
4.3.3.	Modélisation de la sélection utilisant l'approche de Kelly	137
4.3.4.	Modélisation en deux étapes de la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ '	143

Chapit	re 5 – Modélisation du comportement mécanique, de la cinétique de transformation et des évolutions de texture des phases de l'acier	
	AISI 304 à la température de –60°C	155
5.1. De	escription du modèle micro-mécanique	
5.1.1.	Cadre du modèle	
5.1.2.	Etude cinématique du cristal d'austénite	
5.1.3.	Etude thermodynamique	
5.1.4.	Passage au polycristal	
5.1.5.	Le programme CRYSTRIP	
5.2. Si	mulation du comportement mécanique et des évolutions de texture	
5.2.1.	1 <sup>ère</sup> simulation	
5.2.2.	2 <sup>ème</sup> simulation	
5.2.3.	– Texture martensitique	

111

Chapitre 6 – F	ormulation et prédictions d'un modèle	
n	nicromécanique en grandes déformations	
a	dapté à la transformation de phase dans	
l	es aciers austénitiques instables	191

6.1.	Description du modèle micro-mécanique	194
6.1.1	. Formalisme des grandes déformations	194
6.1.2	. Modélisation du comportement du monocristal	198
6.2.	Capacités de prédiction du modèle micromécanique	212
6.2.1	. Simulation du comportement mécanique et des évolutions de texture à –60°C	212
6.2.2	. Simulation du comportement mécanique et des évolutions de texture à 20°C	221

Conclusion générale	229
Annexes du chapitre 3	233
Annexe 3.1	234
Annexe 3.2	236
Annexe 3.3	239
Annexes du chapitre 5	241
Résumés	245

#### **INTRODUCTION GENERALE**

La compétition très vive entre les matériaux de structure, en particulier entre les aciers et les alliages légers, se joue dans le cadre d'un certain nombre d'exigences souvent contradictoires : exigence d'allégement des structures, exigences de tenue en service, recherche des conditions de mise en œuvre de plus en plus économiques. Dans ce contexte, les industries sidérurgiques ont conçu et élaboré de nouveaux aciers appelés aciers TRIP (Transformation Induced Plasticity) qui présentent la caractéristique remarquable de concilier des propriétés de résistance importante et de ductilité élevée. Il s'agit en particulier des aciers multiphasés, composés de ferrite, de bainite et d'une faible fraction d'austénite résiduelle instable.

Ce compromis entre une ductilité élevée associée à une résistance mécanique importante constitue un intérêt industriel certain, en particulier pour les constructeurs automobiles dont le principal souci est d'alléger et de sécuriser les structures. L'utilisation des aciers TRIP peut permettre la diminution de l'épaisseur de certaines pièces et conduire à une réduction de poids d'autant plus importante que leur niveau de résistance sera élevé. Les aciers TRIP sont également de bons candidats pour des applications nécessitant une limite d'élasticité élevée (renforts de pare-chocs et de portières). Pour toutes ces applications, l'acier idéal doit posséder une ductilité et une anisotropie adaptée à une mise en forme par emboutissage et conserver après mise en forme un très bon niveau de résistance et une ductilité élevée pour une absorption d'énergie importante au cours d'un choc.

Si les problèmes d'élaboration de tels aciers sont résolus ou en passe de l'être par les groupes sidérurgiques, des travaux de recherche sont encore nécessaires pour comprendre et optimiser leur comportement en mise en forme et conserver de bonnes propriétés mécaniques au niveau des pièces industrielles. Dans ce but, un programme de recherche a été crée en partenariat avec le centre de recherche d'ARCELOR et a conduit à la mise en place d'une Equipe de Recherche Technologique (ERT) 'Mise en forme des Aciers TRIP'. Cette équipe réunit les compétences de deux laboratoires de l'université de Metz : le LPMM (Laboratoire de Physique et Mécanique des Matériaux UMR 7554) et le LETAM (Laboratoire d'Etude des Textures Appliquées aux Matériaux UMR 7078). Le but de cette ERT est de caractériser expérimentalement des aciers à effet TRIP et de développer des modèles phénoménologiques et micromécaniques permettant de simuler le comportement complexe de ces aciers lors des étapes de mise en forme. Cette thèse s'inscrit dans ce cadre.

L'objectif de ce travail est d'étudier les évolutions de texture et de microstructure afin de mettre en évidence les mécanismes de déformation et de transformation actifs dans un acier austénitique AISI 304, considéré comme un matériau modèle pour l'étude de la plasticité de transformation. En effet, cet acier à faible énergie de fautes d'empilement, présente un effet TRIP lors de sollicitations mécaniques à des températures supérieures à la température de début de transformation martensitique.

L'ensemble du travail présenté dans ce document comprend :

- une étude expérimentale permettant de caractériser le comportement en traction de l'acier, la cinétique de transformation, les évolutions de texture et de microstructure des phases en présence. L'exploitation de ces résultats doit permettre de comprendre les mécanismes de transformation de phase et

l'interaction entre la plasticité classique par glissement des dislocations et la plasticité de transformation.

le développement de modèles micromécaniques intégrant au mieux les mécanismes de déformation mis en évidence dans la partie expérimentale. L'objectif est de simuler le plus fidèlement possible le comportement mécanique, la cinétique de transformation de phase et les évolutions de texture des phases des aciers à effet TRIP.

Le chapitre 1 propose des rappels bibliographiques sur les caractéristiques générales de la transformation de phase martensitique. Nous détaillons en particulier les mécanismes de transformation martensitique des aciers austénitiques à faible énergie de fautes d'empilement. Plus généralement, nous proposons une synthèse des mécanismes de déformation de ces aciers et décrivons les principales caractéristiques de leur comportement mécanique. Par ailleurs, les différentes approches déjà proposées dans la littérature pour la modélisation de la plasticité de transformation sont rappelées.

Les différentes techniques expérimentales mises en oeuvre lors de cette étude sont décrites **dans le chapitre 2**. Il s'agit tout d'abord de la réalisation de la campagne d'essais de traction. L'évolution des phases en présence lors de la déformation a été caractérisée par diffraction des rayons X, à partir de diffractogrammes intégrés, obtenus avec un goniomètre de texture. Ce même équipement a également permis de déterminer les textures austénitiques et martensitiques pour différents états de déformation. Les évolutions de microstructures et de textures locales ont été caractérisées par Microscopie Electronique à Balayage équipé d'un canon à effet de champ (MEB FEG) et doté d'un système E.B.S.D. (Electron Back Scattering Diffraction).

**Dans le chapitre 3**, nous détaillons l'ensemble des résultats expérimentaux. Les courbes de traction sont présentées et discutées puis les cinétiques de transformation et les évolutions de textures et de microstructures sont analysées. La présence de martensite  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' dans les grains austénitiques, ainsi que la présence de micromacles (pour certains états déformés) sont mis en évidence grâce aux cartographies E.B.S.D.. L'interaction forte qui existe entre ces différents mécanismes est analysée.

Le chapitre 4 est consacré à l'étude des modifications de texture induites par la transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  et à la mise en évidence des mécanismes de sélection de variantes associées. Différentes théories phénoménologiques proposées dans la littérature pour décrire la déformation engendrée par la transformation martensitique sont rappelées. Parmi celles-ci, certaines sont plus aptes à décrire les résultats expérimentaux observés sur nos échantillons et permettent de reproduire les grandes tendances de la sélection de variantes dans les composantes principales de textures de ces aciers austénitiques, grâce à des simulations de sélection des variantes reposant sur l'hypothèse du minimum d'énergie.

Ces différentes déformations de transformation sont ensuite utilisées dans le modèle micromécanique 'CRYSTRIP', développé par M. Cherkaoui. Ce modèle, formulé en petites déformations, a été conçu pour mettre en compétition la plasticité de transformation de phase martensitique et la plasticité cristalline par glissement de dislocations. Le chapitre 5 présente la formulation du modèle et les adaptations proposées dans le cadre de ce travail, pour mieux prendre en compte la complexité de la transformation de l'acier 304. Le modèle est ensuite appliqué à la simulation du comportement en traction de cet acier, en utilisant différentes

approches pour décrire le mécanisme de transformation, prenant en compte ou non la présence de martensite epsilon. La comparaison des résultats simulés et des résultats expérimentaux permet de discuter l'aptitude du modèle à tenir compte de l'interaction entre la plasticité de transformation et la plasticité classique.

La dernière partie du travail est consacrée au développement d'un nouveau modèle micromécanique plus adapté que CRYSTRIP à la modélisation de la plasticité de transformation des aciers austénitiques à faible énergie de fautes d'empilement. Ce modèle, fruit d'un travail de collaboration avec plusieurs chercheurs du LPMM, est formulé en grandes déformations, en raison des déformations importantes mises en jeu lors de la sollicitation de ces aciers.

Par ailleurs, dans ce nouveau modèle, on considère que les sites de germination de la phase  $\alpha$ ' correspondent aux bandes de glissement engendrées dans l'austénite, à la martensite  $\varepsilon$  formée, ou aux micro-macles mécaniques. Les mécanismes de déformation et de transformation exposés dans le chapitre 3 y sont respectés. La formulation du modèle et les simulations effectuées sont présentées dans **le chapitre 6**. La comparaison des résultats simulés et expérimentaux montre les capacités du modèle à prédire les évolutions de textures, la cinétique de transformation et le comportement mécanique de cet acier.

## - CHAPITRE 1 -

## ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE

# Partie I: Rappels concernant la transformation martensitique – influence d'un chargement thermomécanique

1.1.	Aspects thermodynamiques	14
1.1.1.	Influence de la température	14
1.1.2.	Influence d'une contrainte appliquée	15
1.2.	Aspects cristallographiques	17
1.2.1.	Changement de structure	17
1.2.2.	Relations d'orientations $\gamma / \alpha'$ et plans d'habitat	18
1.2.3.	Déformation de transformation.	19
1.3.	Conséquence sur les propriétés mécaniques : Plasticité de transformation	20
1.3.1.	Plasticité de transformation	20
1.3.2.	Le modèle de Greenwood et Johnson	22
1.3.3.	Le modèle de Magee	23
1.3.4.	Modélisation du comportement mécanique des matériaux à effet TRIP	23

# Partie II : Rappels bibliographiques concernant les aciers austénitiques instables : cas particulier de l'acier AISI 304

1.4.	Les aciers austénitiques instables	26
1.4.1.	Les différentes familles par composition chimique	26
1.4.2.	L'acier inoxydable austénitique : AISI 304	27
1.5.	Mécanismes de déformation de l'austénite	28
1.5.1.	Energie de fautes d'empilement et influence sur la dissociation des dislocations	28
1.5.2.	Le maclage mécanique	30
1.5.3.	La transformation de phase $\gamma \rightarrow \epsilon$	32
1.5.4.	La transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$	33
1.5.5.	Interaction entre les différents systèmes	34
1.6.	Comportement mécanique et microstructures de l'acier AISI 304	35

### **INTRODUCTION**

Le travail que nous avons entrepris est consacré au comportement en déformation d'aciers à effet 'TRIP' – TRansformation Induced Plasticity. Pour cette classe d'aciers la déformation est accommodée à la fois par plasticité et par transformation martensitique. Par conséquent, nous articulerons cette revue bibliographique autour de deux grandes parties :

- La première partie rappelle les caractéristiques générales de la transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha$ ' des aciers et propose une synthèse des modèles déjà proposés dans la littérature pour prendre en compte l'effet d'une transformation martensitique dans le comportement mécanique du matériau.
- La deuxième partie se focalise sur la métallurgie des aciers austénitiques instables à faible énergie de défaut d'empilement et particulièrement de l'acier AISI 304 qui constitue pour nous le matériau modèle sur lequel se fonde cette étude. Nous détaillons les mécanismes de déformation complexes de ces aciers et proposons une synthèse bibliographique concernant leur comportement mécanique en corrélation avec les mécanismes de déformation actifs.

## Partie I : Principaux rappels concernant la transformation martensitique – influence d'un chargement thermomécanique

La transformation martensitique a été observée pour la première fois lors d'un refroidissement rapide d'aciers initialement austénitique, par le métallurgiste allemand Adolph Martens. Lors de ce refroidissement rapide ou en présence d'un champ de contrainte, la structure CFC (Cubique Face Centrée) de l'austénite se transforme en une structure CC (Cubique Centré) ou quadratique centrée appelée martensite. Cette transformation implique donc un changement de structure cristalline qui se produit par un déplacement coordonné des atomes sur quelques distances interatomiques. S'agissant d'une transformation sans diffusion, la phase mère 'l'austénite' et la martensite ont la même composition chimique.

Dans cette section, nous présentons les principales caractéristiques de cette transformation, au travers d'une approche thermodynamique et cristallographique. Nous préciserons l'influence d'un chargement thermomécanique sur les températures de transformation et la réponse mécanique du matériau. Enfin nous rappellerons les principales approches proposées dans la littérature pour modéliser le comportement du matériau soumis à une transformation martensitique sous charge et la cinétique de transformation associée.

## **1.1. Aspects thermodynamiques**

### 1.1.1. Influence de la température

Un système thermodynamique évolue spontanément dans le sens d'une diminution de l'enthalpie libre intégrale (fonction de Gibbs). Dans le cas des transformations martensitiques, **l'énergie motrice,** dont le système dispose à une température T, est la différence des enthalpies libres de l'austénite  $G^{\gamma}(T)$  et celle de la martensite  $G^{\alpha'}(T)$ , notée :

$$\Delta G(T) = G^{\gamma}(T) - G^{\alpha'}(T)$$

Cette quantité est proportionnelle au volume transformé. Elle est positive aux températures où la martensite est stable et négative dans le cas contraire. Elle est nulle à la température To, température d'équilibre thermodynamique entre les deux phases (figure 1.1).

Cependant la transformation de phase ne débute qu'à une température  $M_s$  inférieure à To. En effet, l'énergie nécessaire à la création d'une interface et celle liée à la déformation élastique accompagnant la transformation doivent être prises en compte dans le bilan énergétique global :

- L'énergie nécessaire à la formation des interfaces entre les deux phases est proportionnelle à la surface créée et s'exprime par unité de surface par :  $\Phi_{int}$ .
- L'énergie élastique par unité de volume comprend l'énergie élastique associée aux incompatibilités entre la martensite et l'austénite ' $\Phi^{e}_{incl}$ ' et l'énergie élastique dissipée par frottement et par production de défauts irréversibles dans les deux phases ' $\Phi^{e}_{irr}$ '.

La transformation se produit à la température Ms, lorsque la somme de toutes ces contributions devient légèrement négative par diminution de la température. On peut noter que dans le bilan énergétique global, les énergies  $\Phi_{int}$  et  $\Phi^{e}_{irr}$  sont souvent négligeables devant les autres termes.



Figure 1.1 - Variation des énergies chimiques en fonction de la température.

Une fois la température Ms atteinte, l'évolution de la plupart des transformations martensitiques est anisotherme. La cinétique de transformation est très rapide et la fraction transformée dépend essentiellement de la température. La transformation se traduit par l'apparition de plaquettes qui se développent en un temps très court. La vitesse de croissance est beaucoup plus élevée dans la direction parallèle au grand axe des plaquettes que dans la direction perpendiculaire. En général, la transformation progresse par germination de nouvelles plaquettes. La cinétique globale de la transformation est gouvernée essentiellement par la fréquence de germination de nouvelles plaquettes et non par la croissance de la martensite, très rapide[Add78].

La température Ms dépend de la composition de l'alliage, mais aussi de caractéristiques morphologiques comme la taille des grains [Wan01]. Dans la littérature, de nombreuses formules permettent de calculer la température Ms en fonction de la composition en éléments gammagènes et alphagènes de l'acier :

$$M_{s}(^{\circ}C) = 512-453\%C-16.9\%Ni-9.5\%Mo+217(\%C)^{2}-$$

$$71.5(\%C)(\%Mn)+15\%Cr-67.6(\%C)(\%Cr)+10\%Co-7.5\%Si$$
[And65]

#### $M_s(^{\circ}C) = 497-810\%C-1230\%N-13\%Mn-30\%Ni-12\%Cr-54\%Cu-46\%Mo$ [Pic78]

La température de fin de transformation pour laquelle l'austénite est entièrement transformée en martensite, est notée  $M_f$ .

#### 1.1.2. Influence d'une contrainte appliquée

L'application d'un champ de contrainte tend à favoriser la transformation martensitique. Il est ainsi possible d'effectuer cette transformation à une température supérieure à Ms. On définit la température  $T_s(\sigma)$  à laquelle la transformation débutera pour un niveau de contrainte appliquée  $\sigma$ . Cette influence des contraintes peut s'expliquer du point de vue thermodynamique. L'énergie fournie par les contraintes extérieures s'ajoute à la variation d'enthalpie libre qui accompagne la transformation (figure 1.2). Par conséquent, le point de début de transformation sera d'autant plus grand par rapport à Ms que la contrainte appliquée sera importante. Par contre, au-delà d'une certaine température, il peut apparaître une compétition entre le processus de transformation martensitique et la déformation plastique de la phase austénitique. La température  $M_d$  est la température au-dessus de laquelle la transformation ne peut plus se réaliser.



Figure 1.2 - Variation des enthalpies libres en fonction de la température ; Cas de l'application d'une contrainte.

De nombreux auteurs [Pat53] [Gau85] ont montré que pour des températures proches de Ms, la température  $T_s(\sigma)$  variait linéairement avec la contrainte  $\sigma$ . Cependant à partir d'une température que l'on appelle  $M_s^{\sigma}$ , la température  $T_s(\sigma)$  évolue rapidement avec l'accroissement de la contrainte appliquée (figure 1.3).



Figure 1.3 – Variation de la température de transformation en fonction du niveau de contrainte appliquée.

On définit deux domaines autour de la température de transition  $M_s^{\sigma}$ .

- Pour  $T_s(\sigma)$  compris entre  $M_s$  et  $M_s^{\sigma}$ , on observe une variation linéaire de la contrainte. Dans cet intervalle la transformation débute dans le domaine élastique du matériau. On dit que **la transformation est assistée par la contrainte**.
- Pour  $T_s(\sigma)$  compris entre  $M_s^{\sigma}$  et  $M_d$ , la transformation débute dans le domaine plastique du matériau engendré par la contrainte. La martensite se développe sur des sites de germination produit par la déformation plastique. Dans ce cas, **la transformation est induite par la déformation**.

## 1.2. Aspects cristallographiques

#### 1.2.1. Changement de structure

La transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha'$  dans les aciers correspond au passage de l'austénite, de structure cubique faces centrées, sursaturée en éléments d'additions (comme le carbone par exemple), en phase martensitique présentant la même teneur en éléments d'addition que l'austénite originelle. Cette phase martensitique est une solution solide possédant une structure quadratique centrée. Ses paramètres de maille a et c sont essentiellement fonction de la teneur en carbone suivant la relation 1.1 [Lac90].

$$c=a_0 + 0,118.(\%C)$$
  

$$a=a_0 - 0,015.(\%C)$$
1.1

Par extrapolation à la teneur nulle en carbone, ces deux paramètres tendent vers la même valeur  $a_0$ , paramètre d'une maille cubique centrée (correspondant à la maille du fer  $\alpha$ ). Ainsi la martensite peut être considérée comme une solution sursaturée en éléments d'addition dans le réseau du fer  $\alpha$ . Cette sursaturation entraîne une distorsion de la maille qui devient quadratique. La figure 1.4 montre l'évolution des paramètres de maille de la martensite et de la dureté de celle-ci en fonction de la teneur en carbone du matériau d'après les trois auteurs Hägg, Honda et Ohman [Lac90]. Le rapport c/a sera d'autant plus marqué que la teneur en carbone de l'acier est importante. Par ailleurs, la présence d'atomes de carbone augmente significativement la dureté de la phase martensitique. Par conséquent, la formation de martensite s'accompagne dans les aciers au carbone, d'une augmentation importante de la dureté et de la résistance mécanique.



Figure 1.4 - Evolution de la dureté de la martensite et des paramètres de maille des phases α' et γ.[Lac90]

### 1.2.2. Relations d'orientations $\gamma / \alpha'$ et plans d'habitat

Par diffraction des rayons X ou des électrons, on observe des relations d'orientation entre le réseau de l'austénite et de la martensite. On exprime en général ces relations d'orientation en indiquant le parallélisme entre certains plans et certaines directions dans les deux phases. On peut citer par exemple les relations de Kurdjumov et Sachs (KS)[Kur30], de Nishiyama et Wasserman (NW) [Nis34] [Was35], de Greninger et Troiano (GT)[Gre40] ou de Nishiyama et Shoji (SN) [Nis36] [Sho31]. Par ailleurs, une autre caractéristique importante de la transformation martensitique est la présence d'un plan frontière invariant appelé plan d'habitat entre la martensite et l'austénite.

Le tableau 1.1 résume pour un certain nombre de matériaux les relations d'orientation observées, le nombre de variantes cristallographiques potentielles ainsi que les plans d'habitat communs à l'austénite et à la martensite. On peut également noter que l'écart angulaire entre les relations d'orientations de Kurdjumov et Sachs et Nishiyama et Wasserman est de l'ordre de 5°.

matériau	type de transfor- mation	composition	nb de variantes	relation d'orientation	plan d'habitat	réf
		0-0,4%C	24	KS ; (111)γ//(101) <sub>α</sub> [1-10] <sub>γ</sub> //[11-1] <sub>α'</sub>	(111) <sub>γ</sub>	[Fin26]
Fe-C	cfc->qc	0,55-1,4%C	24	KS ; (111)γ//(101) <sub>α</sub> [1-10] <sub>γ</sub> //[11-1] <sub>α'</sub>	(225) <sub>γ</sub>	[Meh53]
		1,4-1,8%C	24	KS ; (111)γ//(101) <sub>α</sub> [1-10] <sub>γ</sub> //[11-1] <sub>α'</sub>	(259) <sub>γ</sub>	[kur30]
Fe-Ni	cfc->cc	24-34%Ni	12	NW ; (111)γ//(011) <sub>α</sub> [11-2] <sub>γ</sub> //[0-11] <sub>α'</sub>	(259) <sub>γ</sub>	[Nis34]
Fe-C-Ni	cfc->qc	0,8%C-22%Ni	24	GT; $(111)\gamma//(011)_{\alpha}$ $[\overline{5},\overline{12},17]_{\gamma}//[7,\overline{17},17]_{\alpha'}$	(3,10,15) <sub>γ</sub>	[Gre40]
Fe-Mn	cfc->hc	13 à 25%Mn	4	SN ;(111) <sub>γ</sub> //(0001) <sub>ε</sub> , [1-10] <sub>γ</sub> //[1-210] <sub>ε</sub>	(111) <sub>γ</sub>	[Nis36]
Eo Cr Ni	cfc->hc	100/ Cr 00/ Ni	4	$(111)_{\gamma}/(0001)_{\epsilon}/(101)_{\alpha'}$ ,	ε→(111) <sub>γ</sub>	[Va165]
LG-CI-INI	cfc->cc	107001,070INI	24	[1-10] <sub>γ</sub> //[1-210] <sub>ε</sub> //[11-1] <sub>α</sub> ,	a'→(211) <sub>γ</sub>	[Kel03]

Tableau 1.1 : Données cristallographiques des transformations martensitiques [Nis78].

Les différences de caractéristiques cristallographiques de la martensite (relation d'orientation, plan d'habitat) sont souvent à relier à des différences de morphologie de la martensite. On distingue couramment dans les aciers deux types de morphologie [Lac90] :

- La martensite en lattes ou appelée « martensite massive ».
- La martensite en plaquettes ou martensite lenticulaire ou martensite aciculaire.

La martensite en lattes correspond à une structure morcelée en blocs aux contours indéfinis. (figure 1.5). Les lattes de martensite sont séparées les unes des autres par des interfaces à faible ou forte désorientation ou peuvent être en relation de macle entre elles.

La martensite en plaquettes correspond à un enchevêtrement de lentilles ou plaquettes individualisées et orientées selon des angles définis au sein de chaque grain austénitique. Les premières plaquettes de martensite ont tendance à traverser tout le grain austénitique pour s'arrêter aux joints de grain. Les plaquettes suivantes sont ensuite confinées entre ces plaquettes et les joints de grains, ce qui conduit à une diminution progressive de la taille des nouvelles plaquettes.

Ces morphologies particulières sont pour une part importante, gouvernées par les effets d'accommodation élastique ou plastique des contraintes développées lors de la formation de la martensite dans la matrice austénitique.



Figure 1.5 - A) martensite en lattes B) martensite en plaquettes ou lenticulaires.[Add78]

#### 1.2.3. Déformation de transformation

Les théories phénoménologiques de la transformation martensitique [Wec53] [Bow54] [Way64] modélisent le lien entre les aspects cristallographiques et macroscopiques de la transformation de phase. Elles décrivent le changement de réseau de l'austénite vers la martensite par une distorsion dite de Bain notée 'B' [Bai24] (figure 1.6) correspondant au minimum de distorsion. Ce changement de réseau induit des contraintes internes en raison de la présence des deux phases. Un mécanisme d'accommodation à réseau invariant P soit dans l'austénite, soit dans la martensite (glissement plastique ou maclage) permet l'existence d'un plan non distordu entre les deux phases (plan invariant) et la relaxation des contraintes. Il est de plus nécessaire d'introduire une rotation solide R pour que le plan non distordu soit non tourné par la transformation. Ce plan constitue un plan d'habitat entre les deux phases. La succession de ces opérations exprimée par :

est schématisée figure 1.7.

La déformation de transformation  $\varepsilon^{\text{trI}}$  correspondant à la variante I est déduite de la matrice P' qui décrit un cisaillement d'amplitude g du plan d'habitat de normale  $\vec{n}$  dans une direction  $\vec{m}$ :

$$\varepsilon^{trI} = \frac{1}{2}g(m_i^{I}n_j^{I} + m_j^{I}n_i^{I})$$
 1.3

Rq : La transformation de phase produisant une variation volumique, les directions m et n ne sont pas perpendiculaires (voir figure 1.7b).





Figure 1.6 - Formation de la phase α' : déformation de Bain

- (A) Maille Cubique Face Centrée (CFC) de l'austénite.
- (B) Maille quadratique de la martensite.
- (C) Maille Cubique Centrée (CC) de la martensite.



- a) Décomposition de la transformation martensitique dans la théorie phénoménologique
- b) Cisaillement cristallographique du plan d'habitat

### 1.3. Conséquence sur les propriétés mécaniques : Plasticité de transformation

#### 1.3.1. Plasticité de transformation

D'une manière générale, le phénomène de plasticité de transformation se caractérise par l'apparition d'une déformation inélastique irréversible lorsque le matériau subit une transformation martensitique sous l'effet des contraintes extérieures, même si le niveau de contrainte est inférieur à la limite d'élasticité. La plasticité est donc induite par la transformation d'où l'expression anglaise : **TR**ansformation Induced Plasticity (ou effet TRIP). Ce phénomène a fait l'objet de nombreux travaux. [Sau24], [Was37], [DeJ59] [Gau85]. Deux types d'essais permettent de mettre en évidence l'effet TRIP :

- Sous contrainte constante, la transformation est obtenue par variation de température conduisant à une variation anormale et permanente des dimensions de l'échantillon (Figure 1.8).
- A température constante comprise entre Ms et Md, la transformation est obtenue par variation de la contrainte appliquée. Sur la courbe 'contrainte-déformation', la transformation de phase conduit à l'apparition d'un domaine de déformation facile et à l'augmentation de la contrainte à rupture (Figure 1.9).





Figure 1.8 – Evolution de la dilatation d'un échantillon de 60NCD11 lors d'un refroidissement à contrainte de traction constante d'après [Col78].

Figure 1.9 – Courbes de traction à différentes températures et cinétique de transformation à T-60°C d'après [Kub04].



Figure 1.10 - Augmentation de l'allongement et de la contrainte à rupture avec la transformation de phase sous contrainte appliquée.

L'effet TRIP a souvent été relaté dans les aciers austénitiques instables. De nombreux auteurs ont remarqué que l'application d'une contrainte au cours de la transformation de phase provoque une déformation supérieure à la variation volumique apportée par le changement de structure. Ces auteurs ont également observé que cette déformation est fortement anisotrope et orientée dans le sens de la contrainte. La conséquence directe de l'effet TRIP sur le comportement mécanique des aciers austénitiques, est l'augmentation de l'allongement à rupture lorsque la transformation est initiée sous contrainte. La figure 1.10 montre l'augmentation de l'allongement à rupture lorsque la température est comprise entre  $M_s^{\sigma}$  et  $M_d$ . La notion d'effet TRIP fait aussi référence à l'augmentation de la contrainte à rupture avec la diminution de la température. Cette augmentation est directement reliée à la proportion de phase martensitique transformée progressant avec la diminution de la température. Cette phase, plus résistante que l'austénite, augmente la contrainte à rupture du matériau.

Deux mécanismes principaux ont été proposés pour expliquer l'effet TRIP ; il s'agit des modèles de Greenwood-Johnson [Gre65] et de Magee [Mag66].

#### 1.3.2. Le modèle de Greenwood et Johnson

Dans ce premier modèle, on admet que la transformation engendre une variation de volume qui produit un écoulement plastique de l'austénite autour des variantes (figure 1.11). Lorsque le refroidissement se fait sous contrainte, l'écoulement plastique est orienté par la contrainte appliquée. L'accommodation de l'écoulement plastique de l'austénite dans la direction de la contrainte serait pour les auteurs la cause de la déformation plastique supplémentaire observée. En faisant des hypothèses simplificatrices (croissance d'une sphère avec une variation de volume relative  $\frac{\Delta V}{V}$  dans un milieu rigide parfaitement plastique), Greenwood et Johnson ont proposé une relation entre la déformation de transformation et la contrainte appliquée :

$$\varepsilon^{tr} = \frac{5}{6} \frac{\sigma}{\sigma_E} \frac{\Delta V}{V}$$
 1.4

où  $\sigma_E$  est la limite d'élasticité du matériau et  $\sigma$  la contrainte appliquée Ce modèle initial a servi de base à d'autres travaux intégrant la fraction de martensite formée f [Abr72]:

$$\varepsilon^{tr} = \frac{3}{4} \frac{\sigma}{\sigma_E} \frac{\Delta V}{V} \left( f - \frac{2}{3} f^{3/2} \right)$$
 1.5

Cette relation sous-estime la déformation de transformation de Greenwood et Johnson lorsque f=1 puisqu'elle vaut  $\varepsilon^{tr} = \frac{1}{4} \frac{\sigma}{\sigma_E} \frac{\Delta V}{V}$ . Denis [Den87] note que les valeurs calculées sont inférieures aux valeurs expérimentales.



Figure 1.11 – Représentation de l'effet TRIP selon Greenwood-Johnson.

#### 1.3.3. Le modèle de Magee

Selon ce modèle, la plasticité de transformation est due à l'orientation préférentielle des plaquettes de martensite par application d'une contrainte (figure 1.12). En effet lors d'un refroidissement à contrainte nulle, aucune déformation, hormis la variation de volume, n'est observée. La formation d'une variante est équiprobable aux autres. Les déformations de transformation liées aux variantes de martensite ainsi formées se compensent. Lorsque l'on refroidit le matériau sous contrainte, les variantes les mieux orientées par rapport à la contrainte se forment préférentiellement.

Dans ce cas, la déformation moyenne due à la formation des différentes plaquettes de martensite en présence d'une contrainte appliquée est exprimée par :

$$\overline{\epsilon}^{P} = \frac{\int (\frac{1}{2}\gamma_{0}\sin 2\theta + \frac{1}{2}\epsilon_{0}(1 + \cos 2\theta)).f_{\sigma}(\theta).d\theta}{\int f(\theta)d\theta}$$
 1.6

avec  $\gamma_0$ : le cisaillement lié à la transformation

 $\varepsilon_0$ : la variation volumique liée à la transformation

 $\theta$ : l'orientation de la variante par rapport à l'axe de traction

 $f_{\sigma}(\theta)$ : la fraction volumique de martensite d'orientation  $\theta$  transformée sous la contrainte  $\sigma$ .



Figure 1.12 – Représentation de l'effet TRIP selon Magee.

Le modèle de Greenwood-Johnson et le modèle de Magee sont des modèles de base de la plasticité de transformation. Toutefois, chacun de ces modèles ne représente convenablement qu'un aspect particulier de ce phénomène. Le modèle de Greenwood et Johnson recouvre le cas où le cisaillement peut être négligé et où toute la déformation s'effectue par glissement plastique dans la phase mère tandis que le modèle de Magee s'applique aux cas des transformations à variations volumiques nulles.

## 1.3.4. Modélisation du comportement mécanique des matériaux à effet TRIP

L'évolution de la fraction volumique de martensite a tout d'abord été étudiée dans le cadre d'essais de refroidissement sans charge appliquée. Koistinen et Marburger [Koi59], Skrozki [Skr91], ou plus récemment Prantil et al [Pra03] proposent des cinétiques de transformation, dépendant uniquement de la température et des données matériaux (Ms, Md, teneur en carbone...).

Abrassart [Abr72] est l'un des premiers à relier la cinétique de transformation à la fois à la température et à la déformation totale du matériau. Il intègre la fraction volumique de martensite dans l'expression de la déformation de transformation et propose ainsi un modèle phénoménologique permettant de simuler à la fois le comportement mécanique et la cinétique de transformation.

Leblond [Leb89] remarque que la déformation de transformation est proportionnelle à la contrainte mais qu'elle n'induit pas de variation de volume. Ils la relient alors au déviateur des contraintes plutôt qu'aux contraintes et à la cinétique de transformation. Leblond et al [LDD89] ont établi une modélisation incrémentale de l'évolution de la plasticité de transformation. En négligeant l'effet Magee et à partir d'un calcul basé sur l'expansion d'une sphère à l'intérieur d'une matrice plastique, ils proposent différentes expressions du taux de déformation de transformation pour trois classes de comportements élastoplastiques : plasticité parfaite, écrouissage isotrope et écrouissage cinématique. Le modèle ne prédit pas d'évolution de la déformation de transformation pour des fractions volumiques de martensite inférieures à 3%. Récemment, Taleb et Sidoroff [Tal03] ont corrigé le modèle de Leblond et al aux faibles fractions volumiques de martensite.

Olson et Cohen [Ols75] ont proposé de relier la cinétique de transformation à la déformation plastique en considérant que les intersections de bandes de glissements (maclage, martensite  $\varepsilon$  et fautes d'empilement) forment des sites favorables à la germination de la martensite, la seule variable d'activation de la transformation est la température. Stringfellow et al [Str92] ont ensuite étendu cette approche en incorporant la triaxilité de la contrainte appliquée au grain. Cette cinétique de transformation a ensuite été développée par Iwamoto [Iwa98] pour prendre en compte l'effet de la vitesse de déformation puis l'effet de la taille de grain. Tomita et Iwamoto [Tom01] puis Iwamoto et Tsuta [Iwa00] ont ensuite utilisé cette formulation pour développer un modèle phénoménologique des aciers TRIP. Dans ce modèle, la déformation de transformation est reliée à la cinétique de transformation et à la contrainte dans le grain. Serri et al [Ser05] ont récemment intégré le modèle d'Iwamoto dans un code d'éléments finis, et montré la bonne concordance du modèle avec les résultats expérimentaux publiés dans la littérature.

Fischer et al [Fis97] proposent un modèle thermodynamique où le principe de minimisation de l'énergie libre de Gibbs est utilisé pour l'activation de la transformation de phase. Lani et al [Lan02] utilise ce modèle dans un code d'éléments finis où le comportement d'un acier TRIP multiphasé est simulé. Furnémont [Fur03] valide le modèle de Lani pour différents essais mécaniques sur plusieurs aciers TRIP.

Diani et al [Dia95] proposent une approche cristallographique par variantes de la transformation de phase. Ces variantes de martensite sont définies par la théorie phénoménologique de Wecksler et al [Wec53]. Conformément à cette théorie, la déformation de transformation produite par une variante est un cisaillement le long de son plan d'habitat et dans une direction donnée. La déformation de transformation totale du grain austénitique est la somme des déformations produites par les variantes activées, pondérées par leur fraction volumique. On retrouve alors dans cette approche l'effet Magee puisque la déformation, Cherkaoui et al [Che98] proposent d'établir la cinétique de transformation à partir de l'étude thermodynamique du système austénite-martensite. Cette méthode a l'intérêt d'intégrer dans la cinétique de transformation à la fois les incréments de température et de contrainte appliqués au grain. L'effet Greenwood-Johnson est pris en compte en calculant, par la

méthode de résolution d'Eshelby, les contraintes internes dans l'austénite engendrées par la présence de variantes de martensite considérées comme des inclusions dans une matrice élasto-plastique. Cherkaoui et al [Che00] étendent ensuite leur modèle au polycristal en utilisant la méthode autocohérente pour la transition d'échelle grain  $\rightarrow$  polycristal. Kubler et al [Kub04] ont proposé de valider ce modèle en simulant avec succès la courbe de traction d'un acier AISI 304 à la température de -60°C. Nous proposerons dans ce travail de valider ce modèle micromécanique en comparant les évolutions de texture simulées et expérimentales des phases de cet acier.

# *Partie II : Rappels bibliographiques concernant les aciers austénitiques instables : cas particulier de l'acier AISI 304*

## 1.4. Les aciers austénitiques instables

### 1.4.1. Les différentes familles par composition chimique

Dans le système Fe-C, la phase austénitique  $\gamma$  est stable à haute température seulement et se transforme lors du refroidissement en ferrite. L'ajout d'éléments d'addition permet de modifier le domaine de stabilité de chacune des phases. On distingue deux groupes d'éléments, les éléments  $\alpha$ -gènes et les éléments  $\gamma$ -gènes, listés respectivement dans les tableaux 1.2 et 1.3. Les premiers vont favoriser à la température ambiante la phase  $\alpha$ , tandis que les seconds vont favoriser la phase  $\gamma$ . Il est courant de considérer les équivalences  $\alpha$ -gènes et  $\gamma$ -gènes des divers éléments d'addition. Pour les éléments  $\gamma$ -gènes, on calcule l'équivalent en Ni qui est la somme des pourcentages en poids des divers éléments, chaque pourcentage étant affecté d'un coefficient correcteur pour tenir compte du pouvoir  $\alpha$ -gène de l'élément. De même, on calcule l'équivalence en Chrome concernant les éléments  $\alpha$ -gènes.

Equi- Ni=( %Ni) + 
$$30.(\%C)+0.5(\%Mn)$$
  
Equi- Cr= (%Cr)+(%Mo)+  $1.5(\%Si)+0.5(\%Nb)$  1.9

(équivalence proposée par Schaeffler dans le cas d'une structure brute de solidification [Lac90])

Les aciers austénitiques industriels sont obtenus en ajoutant ces éléments  $\gamma$ -gènes tels que le nickel, le manganèse, le carbone ou l'azote. Ces éléments permettent de maintenir la phase austénitique à température ambiante, sous forme métastable. La stabilité de l'austénite augmente donc avec la teneur en éléments  $\gamma$ -gènes. Un indice de stabilité a été défini par Post et Eberyl [Hab82] pour rendre compte de ce phénomène :

$$\Delta = (\%Ni) + 0.5 (\%Mn) + 35 (\%C) - 0.833 [(\%Cr) + 1.5 (\%Mo) - 20]^{2} - 15$$
 1.10

Lorsque  $\Delta$  est positif, la phase austénitique est stable à température ambiante.

Le diagramme ternaire du système Fe-Cr-Ni (figure 1.13), avec les teneurs fixées de 0.1% de Carbone et 2% de Manganèse, présente un contour convexe correspondant à  $\Delta$ =0. En d'autre terme, lorsque les points figuratifs de la composition de l'alliage se trouvent à l'intérieur de ce contour, la structure austénitique est théoriquement stable.

Le chrome	Améliore la résistance à la corrosion en général et à l'oxydation à chaud en particulier. Au fortes teneurs, il conduit à la formation de couches passives ( $Cr_2O_3$ ), et favorise la formation de la phase sigma fragile.				
Le molybdène	Améliore la résistance à la corrosion dans tous les milieux et la résistance mécanique à haute température. Améliore la tenue à la piqûration, mais favorise également la formation de la phase sigma fragile.				
Le titane	Diminue la sensibilité à la corrosion intercristalline.				
Le niobium	Améliore la tenue au fluage et la résistance à la corrosion intergranulaire.				
L'aluminium	Améliore la résistance à l'oxydation à chaud mais favorise la formation de la phase sigma fragile.				
Le silicium	Améliore la résistance à l'oxydation à chaud mais favorise la formation de la phase sigma fragile.				

Tableau	1.2 -	Les	principaux	éléments	α-gènes.
---------	-------	-----	------------	----------	----------

Stabilise l'austénite à la température ambiante, aux basses Le nickel températures et lors des déformations plastiques, améliore la te en corrosion caverneuse.				
Le carbone	Améliore les caractéristiques mécaniques et la dureté.			
l 'azote	Augmente les caractéristiques mécaniques et la tenue à la corrosion			
Lazule	par piqûres.			
	Facilite la déformation à chaud et évite la fissuration à chaud des			
Le manyanese	soudures. Stabilise l'austénite à froid.			

Tableau 1.3 - Les principaux éléments γ-gènes.



## Figure 1.13 - Diagramme ternaire de stabilité à 0.1% de Carbone et 2% de Manganèse à Température Ambiante.

### 1.4.2. L'acier inoxydable austénitique : AISI 304

Un des objets de notre étude est de caractériser notamment la transformation martensitique d'un acier austénitique instable à faible énergie de fautes d'empilement et de modéliser son comportement mécanique et les évolutions de texture  $\gamma / \alpha'$ . Dans ce cadre, nous avons choisi l'acier AISI 304 comme matériau modèle. C'est un acier austénitique de la famille des aciers inoxydables. La composition chimique générale des aciers 304 est reportée dans le tableau

1.4. Les aciers 304 L et 304 LN sont des aciers de teneurs en carbone plus faibles (L), l'acier 304 LN contient plus d'azote.

Eléments	С	Mn	Р	S	Si	Cr	Ni	Ν
304	< 0.08	<2.0	< 0.045	< 0.030	< 0.75	18 à 20	8 à 10.5	< 0.1
304L	< 0.03	<2.0	< 0.045	< 0.030	< 0.75	18 à 20	8 à 12	< 0.1
304LN	< 0.03	<2.0	< 0.045	< 0.030	< 0.75	18 à 20	8 à 12	0.1 à 0.16

Tableau 1.4 - Composition chimique générale des aciers AISI 304.

Nous pouvons voir sur le diagramme ternaire (figure 1.13) que l'acier AISI304 est à la limite de la stabilité. Il est en effet bien connu, de nos jours, que cet acier se transforme en martensite sous sollicitation thermique ou mécanique.

## 1.5. Mécanismes de déformation de l'austénite

L'acier AISI 304 allie une ductilité et une résistance mécanique importante. En effet, en fonction de la température et du trajet de chargement, l'élongation à la rupture peut varier de 20 à 80% et la résistance à la traction de 450 à 1100 MPa. Ces propriétés remarquables sont liées à la complexité des mécanismes de déformations actifs. La plasticité classique par glissement de dislocations entre en compétition avec d'autres mécanismes comme :

- Le maclage mécanique.
- La formation de la martensite  $\varepsilon$ .
- La formation de la martensite  $\alpha$ '.

Le paramètre pertinent pour analyser l'activité et la transition entre ces différents mécanismes est l'énergie de fautes d'empilement (EFE) de l'alliage.

## 1.5.1. Energie de fautes d'empilement et influence sur la dissociation des dislocations

#### Définitions :

Une faute d'empilement est un défaut planaire correspondant à une imperfection dans la superposition des plans du réseau cristallin. Si l'on prend l'exemple des structures compactes, il existe deux façons d'empiler des plans compacts ABCABC... et, ABAB... formant respectivement une structure CFC (cas de l'austénite ) ou Hexagonal Compact (HC) (cas de la martensite epsilon). Toute modification de cet empilement se traduit par la formation d'une faute d'empilement.

On associe à cette faute d'empilement, une énergie appelée *Energie de Faute d'Empilement*  $\Gamma$  (*EFE*). Il s'agit d'une énergie par unité de surface de défauts qui s'exprime en J/m<sup>2</sup>. Elle traduit la variation d'enthalpie libre du système par création d'une faute d'empilement à partir d'un réseau parfait. Par conséquent, cette grandeur physique varie avec la composition chimique de l'alliage et avec la température.

Sa mesure directe est relativement difficile et fait appel à des techniques complexes en microscopie électronique à transmission [Add78]. Par conséquent, cette grandeur est souvent

déterminée indirectement. On considère qu'elle varie linéairement avec l'enthalpie de transformation de l'austénite (CFC) en martensite  $\varepsilon$  (Hc), accessible à partir de données thermochimiques et magnétiques des alliages considérés. La figure 1.14 donne la variation de l'énergie de faute d'empilement de l'austénite en fonction de la teneur en chrome, en nickel [Lac90]. Il apparaît clairement que l'EFE augmente avec la température et avec la teneur en nickel. De façon générale, l'EFE augmente avec la stabilité de l'austénite et donc avec l'augmentation des éléments  $\gamma$ -gènes et de la température.



Figure 1.14 – Variation de l'énergie de faute d'empilement en fonction des teneurs en Chrome et Nickel de l'acier.

Influence sur les mécanismes de déformation :

Pour un matériau à faible EFE, la formation de fautes d'empilement est favorisée lors de la déformation plastique. Cela se traduit par la formation de dislocations partielles de vecteur de Burgers plus petit à partir de dislocations parfaites. Ce processus crée des fautes d'empilement mais minimise aussi l'énergie de ligne des dislocations (proportionnelle au vecteur de Burgers). Si l'on prend l'exemple d'une dislocation parfaite de vecteur de Burgers  $\frac{1}{2}[011]$  de plan de glissement  $(1\overline{1}1)$ , elle va pouvoir se dissocier dans son plan en deux dislocations partielles glissiles, de tête et de queue, selon la réaction suivante (figure 1.15) :

$$\frac{a}{2}[011]_{(1\bar{1}1)} = \frac{a}{6}[121]_{(1\bar{1}1)} + \frac{a}{6}[\bar{1}12]_{(1\bar{1}1)}$$
 1.11

Avec le vecteur de Burgers des dislocations partielles, le passage de la dislocation de tête ne reconstitue pas le cristal parfait mais laisse une faute d'empilement. Le passage de la dislocation de queue guérit ce défaut de telle sorte que la dissociation crée un ruban de défauts entre deux partielles.



#### Figure 1.15 : Dissociation d'une dislocation parfaite.

Cette dissociation a une conséquence directe sur le glissement dévié et la consolidation du matériau. En effet, classiquement, la déformation plastique est assurée par la création et le glissement des dislocations. Au cours de ce mouvement, les dislocations rencontrent des obstacles (autres dislocations, joints de grains, précipités) bloquant les dislocations et provoquant la formation d'empilement de dislocations. Les dislocations parfaites peuvent contourner les obstacles en choisissant un autre plan de glissement contenant leur vecteur de Burgers. Par contre, les dislocations dissociées doivent rester confinées dans le plan de dissociation. Pour activer du glissement dévié, il faudrait d'abord reconstituer une dislocation parfaite. Ce mécanisme n'est pas concevable lorsque les fautes d'empilement se superposent et créent une structure très stable. Par conséquent, on observe une forte consolidation lorsque l'EFE diminue (figure 1.16).

Plus généralement, la stabilité de la dissociation des dislocations parfaites en partielles est à l'origine de l'existence de différents modes de déformations de l'austénite, qui impliquent la création de fautes d'empilement, comme le maclage ou la formation de martensite  $\varepsilon$ .



Figure 1.16 – Evolution des courbes de traction en fonction de l'EFE du matériau.

#### 1.5.2. Le maclage mécanique

Le maclage mécanique est souvent activé en compétition avec le glissement de dislocations dissociées. En effet la formation du maclage résulte du glissement de dislocations partielles de Shockley **identiques** de vecteur de Burgers du type  $b_1 = \frac{a}{6} \langle 11\overline{2} \rangle$  sur chaque plan compact adjacent du type {111} de l'austénite.

L'empilement périodique ABCAB<u>CABC</u> des plans  $\{111\}_{\gamma}$  devient après le passage d'une dislocation de Shockley sur chaque plan  $\{111\}_{\gamma}$  souligné : ABCA<u>BACBA</u>. Ce mécanisme engendre un plan de symétrie de type  $\{111\}$  (ici le plan B en gras), correspondant aux joints de macle (figure 1.17).



Figure 1.17 – Formation d'une macle mécanique.

Les macles mécaniques apparaissent au cours de la déformation sous forme de fines lamelles de structure CFC (on parle de micromacles). Elles sont dites cohérentes car les joints de macles assurent la continuité parfaite entre la structure cristallographique de l'austénite et la macle sans dislocation résiduelle à l'interface. Elles ne doivent pas être confondues avec les macles thermiques qui se forment lors d'un recuit pour diminuer les contraintes internes. Leur morphologie est significativement différente puisqu'elles sont très épaisses et sont considérées comme des grains à part entière. Elles n'induisent aucun cisaillement et ne sont pas systématiquement cohérentes (elles forment des joints de type  $\Sigma$ 3).

La formation d'une macle mécanique répond à un critère d'activation comme pour le glissement cristallographique. Une énergie critique est définie et doit être atteinte par l'énergie motrice  $F_m$  exprimée par la relation 1.12, pour que la germination ait lieu.

$$F_m = \sigma : \varepsilon^M \tag{1.12}$$

Avec  $\sigma$  la contrainte dans le grain, et  $\epsilon^{M}$  la déformation engendrée par la macle.

Une macle produit un glissement **positif** dans une direction du type <11-2> et d'amplitude  $\gamma_0 = \frac{\|b_1\|}{d_{111}} = \frac{\sqrt{2}}{2}$  avec  $d_{111}$  la distance interréticulaire entre deux plans {111}<sub> $\gamma$ </sub>. Le tenseur de déformation associé au glissement (111)[11, 2] est donné par l'avpression 1, 12 :

déformation associé au glissement (111)[11-2] est donné par l'expression 1.13 ;

$$\varepsilon^{M} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\sqrt{2}}{2} (m_{i}n_{j} + m_{j}n_{i}) \text{ avec } m = [11\overline{2}] \text{ et } n = (111)$$
 1.13

Compte tenu de la symétrie cubique, il n'existe que 12 systèmes de glissement positif (111)[11-2], le nombre de macles possible est donc limité à 12 en terme de déformation (tableau 1.5). Du point de vue cristallographique, les macles dans ce cas ne présentent que 4 orientations différentes par rapport au substrat.

Macle	Plan	Direction
	111	11-2
1	111	1-21
	111	-211
	-111	-11-2
2	-111	-1-21
	-111	211
	11-1	112
3	11-1	1-2-1
	11-1	-21-1
	1-11	1-1-2
4	1-11	121
	1-11	-2-11

## Tableau 1.5- Macles formées à partir des systèmes de glissement {111}<11-2>.

La déformation importante induite par la formation de macles mécaniques augmente de façon notable la ductilité du matériau. Ce phénomène est d'ailleurs à l'origine des remarquables propriétés des aciers TWIP (TWinning Induced Plasticity)[All04]. La présence de macles interagit également sur la plasticité cristalline puisqu'elle limite le libre parcours moyen des dislocations du matériau. Ceci a pour effet direct d'augmenter significativement l'écrouissage du matériau.

## 1.5.3. La transformation de phase $\gamma \rightarrow \varepsilon$

Tout comme le maclage, la transformation de phase  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  est favorisée par le glissement de dislocations dissociées. La formation de la martensite  $\varepsilon$  résulte du glissement de dislocations partielles de Shockley identiques de vecteur de Burgers du type  $\frac{a}{6} < 11\overline{2} >$  sur tous les seconds plans consécutifs  $\{111\}_{\gamma}$  de l'austénite.

L'empilement périodique des plans  $\{111\}_{\gamma}$  ABCAB<u>C</u>A<u>B</u>C devient après le passage d'une dislocation de Shockley sur tous les deux plans  $\{111\}_{\gamma}$  soulignés ABC<u>ABABAB</u>.

La succession de plans  $\{111\}_{\gamma}$  ABABAB... permet d'obtenir la structure hexagonale compacte de la martensite  $\epsilon$  (figure 1.18).



Figure 1.18 – structure hexagonale compacte.

La formation de la martensite  $\varepsilon$  produit un glissement d'amplitude  $\gamma_0 = \frac{\|b_1\|}{2.d_{111}} = \frac{\sqrt{2}}{4}$  dans la

direction du type <11-2> avec d<sub>111</sub> la distance interréticulaire entre deux plans  $\{111\}_{\gamma}$ . Le tenseur de déformation associé s'écrit alors pour le glissement (111)[11-2];

$$\varepsilon^{tr\varepsilon} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\sqrt{2}}{4} (m_i n_j + m_j n_i) \text{ avec } m = <11\overline{2} > \text{et } n = \{111\}$$
 1.14

La transformation de phase  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  a les caractéristiques d'une transformation martensitique. Le plan d'habitat est de type  $\{111\}_{\gamma}$ . Les relations d'orientations strictes entre la phase  $\gamma$  et la phase  $\varepsilon$  sont :

$$\left\{ 111 \right\}_{\gamma} // \left\{ 0001 \right\}_{\varepsilon} \qquad <\overline{1} \,\overline{1} \,0>_{\gamma} // < 2\,\overline{1}\,\overline{1} \,0>_{\varepsilon} \qquad \qquad 1.15$$

A partir de cette relation d'orientation et compte tenu des symétries du cube et de la maille hexagonale, on peut montrer que les trois directions de glissement de type <11-2> sur un même plan (111) mènent à la même variante de martensite  $\varepsilon$ . L'orientation de la variante  $\varepsilon$  est donc exclusivement définie par le plan de glissement (111) sur lequel la faute d'empilement se produit. Le tableau 1.6 liste les 4 variantes de martensite  $\varepsilon$  formées à partir des quatre plans  $\{111\}_{\gamma}$ .

Variantes $\epsilon$	Plans	Directions
	111	11-2
1	111	1-21
	111	-211
	-111	-11-2
2	-111	-1-21
	-111	211
	1-11	1-1-2
3	1-11	121
	1-11	-2-11
	11-1	112
4	11-1	1-2-1
	11-1	-21-1

Tableau 1.6 – Variantes de martensite ε formées à partir de système de glissement {111}<11-2>.

#### 1.5.4. La transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha'$

En plus de la transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \varepsilon$ , les aciers austénitiques instables subissent une transformation plus classique  $\gamma \rightarrow \alpha'$ , lors d'une déformation comprise entre les températures Ms et Md. Les caractéristiques générales de la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  ont été décrites en partie I. Nous allons ici nous intéresser au cas particulier des aciers austénitiques instables à faible EFE.
De nombreux auteurs [Kel65] [Lec72] ont montré que la martensite  $\alpha$ ' est en relation d'orientation de type KS avec l'austénite. Lorsque la transformation est induite par la déformation, les mécanismes de la transformation sont influencés par les défauts déjà présents dont la nature dépend de l'EFE de l'acier et donc de la température de sollicitation. Dans le cas de l'acier AISI 304, nous avons souvent une coexistence de la phase  $\alpha$ ' avec du maclage ou de la martensite ɛ. Cette dernière est vue, soit comme une phase d'accommodation, soit comme une phase intermédiaire. La phase martensitique  $\alpha$ ' résulte alors soit d'un processus  $\gamma \rightarrow \alpha'$  ou  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$ . Le deuxième processus prédomine lorsque certains paramètres de maille des phases  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' sont proches. Si l'on prend l'exemple de l'acier 304 déformé à basse température, la distance entre les plans denses de la phase  $\varepsilon$  subit une contraction et n'est plus égale à celui des plans  $\{111\}_{\gamma}$  mais très proche de celui des plans denses  $\{110\}_{\alpha'}$ , on peut ainsi trouver dans ces aciers une transformation  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  [Lac90]. Le plan d'habitat a été mesuré et calculé par Kelly [Kel65] comme étant un plan de type  $\{211\}_{\gamma}$  dans ces aciers. La martensite  $\alpha'$  apparaît sous forme de lattes situées aux intersections des bandes de cisaillement formées de fautes d'empilement, de macles ou de martensite ɛ. Si l'on prend l'exemple de deux variantes de martensite  $\varepsilon$  développées sur les plans  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{11-1\}_{\gamma}$ (figure 1.19), la martensite germe à l'intersection des deux variantes en respectant la relation de KS telle que le plan  $(101)_{\alpha}$ , soit parallèle au plan  $(111)_{\gamma}$  et la direction  $[11-1]_{\alpha}$ , soit parallèle à la direction  $[1-10]_{\gamma}$  [Kel65].



Figure 1.19 – Formation d'une variante de martensite à l'intersection de deux bandes de glissement.

## 1.5.5. Interaction entre les différents systèmes

En résumé, la grande variété des mécanismes est essentiellement régie par l'énergie de fautes d'empilement, étroitement liée à la stabilité de la phase epsilon. La hiérarchie d'apparition des mécanismes de déformation suivants :

- Glissement des dislocations parfaites avec glissement dévié, configuration non coplanaire, réarrangement classique en cellule faible consolidation
- Glissement de dislocations dissociées, configuration coplanaire, empilement de dislocations, forte consolidation
- Formation de macles mécaniques.
- Formation de phase  $\varepsilon$  (Hc).

va de paire avec une diminution de l'EFE.

La formation de martensite  $\alpha$ ' est observée quelle que soit la valeur de l'EFE, cependant sa morphologie et son mode de formation sont fortement dépendants de celle-ci.

## 1.6. Comportement mécanique et microstructures de l'acier AISI 304

Dans ce travail, nous allons solliciter l'acier AISI 304 en traction uniaxiale à différentes températures, il est alors intéressant de se référer aux travaux d'autres auteurs ayant utilisé ce mode de chargement. On peut citer les résultats de Bargui et al [Bar99], qui ont réalisé ce type d'essai sur un acier AISI 304. La figure 1.20 présente les courbes de traction obtenues par les auteurs pour différentes températures. On peut voir que l'acier AISI 304 présente des courbes de traction caractéristique d'un acier à effet TRIP. Les auteurs montrent que la résistance mécanique à rupture de l'acier augmente avec la diminution de la température d'essai, tandis que la ductilité du matériau diminue. La figure 1.21 montre l'évolution de la fraction volumique de martensite  $\alpha'$  en fonction de la déformation. On constate une hausse du taux de transformation avec la diminution de la température d'essai. Les auteurs affirment qu'il y a une corrélation directe entre l'augmentation de la résistance mécanique, la diminution de la ductilité et l'augmentation de la cinétique de transformation. En effet la phase martensitique étant plus résistante et moins ductile que l'austénite, va contribuer à l'augmentation de la résistance mécanique et à la baisse de la ductilité du matériau [Bar99].



fonction de la température sur un acier AISI 304.



Figure 1.21 – Cinétique de transformation en fonction de la température sur un acier AISI 304.

Hecker et al [Hec82] ont réalisé une étude sur l'influence de la vitesse de chargement en traction uniaxiale sur acier AISI 304. Ils montrent que pour deux vitesses de déformations différentes,  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} s^{-1}$  et  $\dot{\varepsilon} = 10^3 s^{-1}$ , les cinétiques de transformation sont différentes. En effet, la figure 1.22 présente l'évolution de la transformation de phase martensitique  $\alpha$ ' en fonction de la déformation pour les deux vitesses de déformation. Elle montre que la cinétique de transformation du matériau sollicité à la vitesse de  $\dot{\varepsilon} = 10^3 s^{-1}$  est moins importante que celle sollicitée à la vitesse de  $\dot{\varepsilon} = 10^{-3} s^{-1}$ .



Figure 1.22 – Evolution de la fraction volumique de martensite α' pour des essais de traction uniaxiale d'après [Hec82].

Han [Han04] et al ont réalisé une étude similaire sur un acier AISI 204, la figure 1.23a présente l'évolution de la fraction de martensite  $\alpha$ ' en fonction de la déformation pour quatre essais de traction uniaxiale à différentes vitesses de déformation. Leurs résultats rejoignent ceux de Hecker et al, on observe une diminution de la transformation de phase avec l'accroissement de la vitesse de déformation. La figure 1.23b montre la variation de la température de l'éprouvette en fonction de la déformation pour trois essais mécaniques. Les auteurs montrent ainsi que la principale cause de la baisse du taux de transformation avec l'augmentation de la vitesse de déformation est l'accroissement de la température de l'éprouvette. Cette augmentation de la température de l'éprouvette est essentiellement due à la plasticité activée dans l'acier mais aussi à la transformation de phase martensitique.



Figure 1.23a – Evolution de la fraction volumique de martensite pour trois essais de traction uniaxiale à quatre différentes vitesses de déformation.



Figure 1.23b – Variation de la température de l'éprouvette pour trois essais de traction uniaxiale à trois vitesses différentes de déformation.

L'influence du mode de chargement sur la cinétique de transformation a été étudiée par Lebedev et al [Leb00]. Ils ont réalisé des essais de traction uniaxiale, de compression et de torsion sur un acier austénitique 304. Ils montrent que la cinétique de transformation du matériau est fonction du mode de chargement. La figure 1.24 présente les cinétiques de transformation  $\alpha'$  et  $\epsilon$  du matériau obtenues par ces auteurs pour les différents modes de chargement. La fraction volumique de martensite obtenue à déformation plastique équivalente identique (au sens de Von-Mises) pour l'essai de traction uniaxiale est plus importante que pour les deux autres essais mécaniques.



Figure 1.24 - Evolution de la fraction volumique de martensite α' (a) et ε (b) pour trois trajets de chargement : 1 - traction, 2 - torsion, 3 - compression., d'après [Leb00].

De nombreux auteurs ont étudié les évolutions de microstructure lors de la déformation plastique de l'acier AISI 304. Suzuki et al [Suz77] ont effectué des essais de traction sur un acier de type AISI 304 et ont essayé, par une analyse de la microstructure à chaque étape de la déformation, d'expliquer la forme caractéristique de leur courbe pour des essais à  $-196^{\circ}$ C. Gunter-Reed [Gun74] et Tamura et al [Tam70] ont également observé que la martensite  $\varepsilon$  est la première phase à apparaître dans le matériau. Ils associent le glissement facile situé au début de la déformation plastique sur les courbes de traction des basses températures à la formation de la phase  $\varepsilon$  (voir courbe de traction à  $-196^{\circ}$ C figure 1.20). Suzuki prétend que la phase martensitique  $\alpha'$  et les bandes de glissement doivent également contribuer à ce glissement facile puisqu'il n'est pas observé sur les aciers Fe-Mn où seule la martensite  $\varepsilon$  est formée. Toutefois les différents auteurs s'accordent pour dire que l'augmentation de la courbe de traction après ce stade de déformation est directement liée à l'évolution rapide de la fraction volumique de martensite  $\alpha'$ . Cette phase, étant plus résistante et moins ductile que l'austénite, augmente la résistance et diminue la ductilité du grain au fur et à mesure de sa formation.

De nombreux auteurs [Kel65][Lec72][Ven62] ont observé la présence de martensite  $\varepsilon$  à l'intérieur de bandes parallèles à des plans  $\{111\}_{\gamma}$  (que l'on nommera bandes de glissement). Ces bandes sont définies dans la littérature, comme la trace de fautes d'empilement créées par la dissociation de dislocations  $\{111\} < 110 >_{\gamma}$  en dislocations  $\{111\} < 11-2 >_{\gamma}$ . La formation de la martensite  $\varepsilon$  est alors la cause d'une accumulation progressive de fautes d'empilement suivant le même plan  $\{111\}_{\gamma}$ . La plupart de ces auteurs observent que la martensite  $\alpha$ ' se forme majoritairement aux intersections des bandes de glissement. Cependant les avis divergent sur l'influence de celles-ci et de la martensite  $\varepsilon$  sur la formation de la martensite  $\alpha$ '. China[Chi58], Lagneborg et Reed[Lag64] ont suggéré que la phase martensitique  $\alpha$ ' se forme

à partir de la structure hexagonale de la martensite  $\varepsilon$ . Ces auteurs ont observé en diffraction à rayon X que la phase martensitique  $\varepsilon$  se développait fortement au début de la déformation pour ensuite décroître au fur et à mesure que la phase martensitique  $\alpha$ ' augmentait. Dash et Otte [Dah62] prétendent que la martensite  $\alpha$ ' n'hérite pas des défauts de la phase martensite  $\varepsilon$  l'ayant permis de germer. Ils en concluent alors que la martensite  $\alpha$ ' est formée en premier et que la martensite  $\varepsilon$  en est une conséquence. Finalement, Suzuki [Suz77], Kelly [Kel65], Venables [Ven62], Lecroisey et Pineau [Lec72], montrent que la martensite  $\varepsilon$  se forme la première dans les bandes de glissement. La martensite  $\alpha$ ' germe indépendamment de la martensite  $\varepsilon$  aux intersections des bandes de glissement à partir de la phase austénitique. Cette dernière proposition est la plus répandue actuellement dans la littérature. De nombreux modèles phénoménologiques et micro-mécaniques ont été développé sur cette

base[Ols75][str92][Iwa98].

Suzuki, Venables ainsi que Kelly ont observé que la relation d'orientation entre l'austénite, la martensite  $\epsilon$  et la martensite  $\alpha$ ' est la suivante ;

 $(111)_{\gamma'}/(0001)_{\epsilon'}/(101)_{\alpha'},$  $[110]_{\gamma'}/[1-210]_{\epsilon'}/[11-1]_{\alpha'},$ 

C'est à dire celle de KS entre les phases austénitique et martensitique.

Cependant ces auteurs ont des avis différents sur le plan d'habitat entre l'austénite et la martensite. Venables, Reed ou Lagneborg observent un plan {225}dans ces aciers tandis que Kelly observe un plan {211}. Suzuki montre que trois plans d'habitat sont présents dans l'acier AISI 304. Les plans {225}, {211} et {-5,2,-9} sont observés. Tous ces plans ont été mesurés par Microscopie Electronique à Transmission (MET) et l'étendu des résultats provient essentiellement de la méthode employée pour la mesure. Venables, Reed, Lagneborg et Suzuki analysent les traces des plans d'habitat sur une seule surface de l'échantillon. Cette méthode ne donne pas une unique solution pour le plan d'habitat. Kelly utilise à la fois la trace du plan mais aussi l'angle que fait celui-ci avec l'épaisseur de la lame fine. Il affirme que cette méthode est la plus précise. Suzuki, enfin, reconnaît que le plan d'habitat mesuré dans l'épaisseur d'une lame fine peut être soumis à une relaxation des contraintes élastiques et donc mal estimé [Suz77].

Nous proposerons dans ce travail de caractériser les microstructures lors de la déformation plastique par Electron Back Scattered Diffraction (EBSD) dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB) équipé d'un canon à effet de champ (FEG). Nous avons ici la possibilité d'étudier l'évolution de la microstructure et des orientations des martensites  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' au niveau d'un ensemble de grain austénitique, afin de compléter l'étude microstructurale déjà publiée s'appuyant essentiellement sur la microscopie électronique à transmission.

## **CONCLUSION**

Nous avons présenté dans ce chapitre les bases nécessaires à la compréhension de l'étude qui sera présentée dans les chapitres suivants. Cette étude a été menée sur un acier austénitique instable où la complexité des mécanismes de déformation est étroitement liée à l'énergie de fautes d'empilement du matériau. Avec la diminution de l'EFE, le glissement par mouvement de dislocations, le maclage mécanique ou la transformation martensitique  $\varepsilon$  peuvent apparaître. Entre la température Ms et Md, une transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  peut être activée par l'application d'une contrainte. Cependant, le mode de formation et la morphologie des variantes de martensite sont dépendants du niveau d'énergie de fautes d'empilement du matériau.

#### **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [Abr72] Abrassart F., Influence des transformations martensitiques sur les propriétés mécaniques des alliages du système Fe-Ni-Cr-C. *Thèse de doctorat ès-Sciences Physiques, Université de Nancy I* (1972)
- [All04] Allain Sébastien, caractérisation et modélisation thermomécaniques multiéchelles des mécanismes de déformation et d'écrouissage d'aciers austénitiques à haute teneur en manganèse – Application à l'effet TWIP. *Thèse de doctorat de l'institut national polytechnique de lorraine*. (2004)
- [And65] Andrews K.W., J. Iron Steel Inst., 203, 721, (1965)
- [Add78] Adda Y., Dupouy J.M., Philibert J., Quere Y., Elément de métallurgie physique, tome 4, la documentation française, paris (1978).
- [Bai24] Bain E.C., *Trans. AIME*, **70**, 25, (1924)
- [Bar99] Bargui H., influence de l'instabilité microstructure de la martensite induite par déformation plastique sur l'emboutissage des tôles en aciers inoxydables austénitiques, *thèse université de tunis*(1999).
- [Bow54] Bowles J.S., Mackenzie J.K., Acta met. 2, 129, (1954)
- [Che00] Cherkaoui M., Berveiller M., Lemoine X., Couplings between plasticity and martensitic phase transformation : overall behavior of polycrystalline TRIP steels, *Int. J. Plast*, **16**, 1215-1241, (2000)
- [Che98] Cherkaoui M., Berveiller M., Sabar H., Micromechanical modelling of martensitic transformation induced plasticity (TRIP) in austenitic single crystals, *Int. J. Plast.*, **14**, 597, (1998)
- [Chi58] China B., *Acta Met.* 6, 748(1958).
- [Das62] Dash J. and Otte H.M, Acta. Met. 11, 1169, (1962)
- [DeJ59] De Jong M., Rathenau G.W., Acta met., 7, 246 (1959)
- [Den87] Denis S., Modélisations des interactions contrainte-transformation de phase et calcul par éléments finis de la genèse des contraintes internes au cours de la trempe des aciers. *Thèse d'Etat INPL, Nancy*, (1987)
- [Dia95] Diani J.M., Sabar H., Berveiller M., Micromechanical modeling of the transformation induced plasticity (TRIP) phenomenon in steels, *Int J. Eng. Sci.*, 33, 1921-1934, (1995)
- [Fin26] Fink W. et Campbell E., *Trans. Am. Soc. Steel treat.* 9, 717, (1926)

[Fis97]	Fisher, F.D., Modelling and simulation of transformation induced plasticity in elastoplastic materials. <i>In Mechanics of solids with phase changes</i> , Berveiller <i>M., Fischer F.D., Eds Wien New York Springer (1997)</i> , <b>368</b> ,pp189-237.
[Fur03]	Furnemont, Q., The micromechanics of TRIP-assisted multiphase steels. <i>Thèse de Doctorat</i> (2003), <i>Université Catholique de Louvain</i> , Belgique.
[Gau85]	Gauthier E., transformation perlitique et martensitique sous contrainte de traction dans les aciers, <i>thèse d'Etat à l'INPL</i> , Nancy (1985)
[Gre40]	Greninger B.A., Troiano A.R., Trans. AIME, 140, 307, (1940)
[Gre65]	Grenwood G.W., Johnson R.H., The deformation of metals under small stresses during phase transformation., <i>Proc. Roy. Soc.</i> , <b>A283</b> , 403-422, (1965)
[Gun74]	Gunter C.J. et Reed R.P., Trans. Am. Soc. Metals 55, 399 (1962).
[Hab82]	Habashi M., Galland J., Revue de métallurgie, 6, 321, (1982)
[Iwa00]	Iwamoto T., Tsuta T., Computational simulation of the dependence of the austenitic grain size on the deformation behavior of TRIP steels, <i>Int. J. Plast</i> , <b>16</b> , 791-804, (2000)
[Iwa98]	Iwamoto T., Tsuta T., Tomita T., Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in TRIP steels and modelling of transformation kinetics, <i>Int. J. Mech. Sci.</i> , <b>40</b> , 2-3, 173-182, (1998)
[Kel65]	Kelly P.M., The martensitic transformation in steels with low stacking fault energy, <i>Acta. Met.</i> , <b>13</b> , 635, (1965)
[Koi59]	Koistinen D.P., Marburger R.E., A general equation prescribing extent of austenite-martensite transformation in pure Fe-C alloys and plain carbon steels, <i>Acta Metall.</i> <b>7</b> , 59-60, (1959)
[Kub04]	Kubler R., Etude du comportement des aciers à effet TRIP : approches micromécanique et phénoménologiques - application à la mise en forme, <i>Thèse docteur-ingénieur</i> , <i>ENSAM Metz</i> (2004).
[Kur30]	Kurdjumov G. and Sachs G., Z. Physic, 64, 325, (1930)
[Lan02]	Lani, F., Furnemont, Q., Jacques, P.J., Delannay, F., Pardoen, T., Micromechanical modeling of plastic anisotropy and strain induced phase transformation in dual-elastoplastic phase materials. <i>Proceedings EMMC6, Liège, Belgique</i> (2002), pp169-177.
[Lac90]	Lacombe P., Barroux B., Béranger G., Les aciers inoxydables, Les éditions de la physique, (1990)

[Lag64]	Lagneborg R., Acta Met. 12, 823 (1964)
[LDD89]	Leblond J.B., Devaux J., Devaux J.C., Mathematical modelling of transformation plasticity in steels I : case of ideal-plastic phases. <i>Int. J. Plast.</i> , <b>5</b> , 551-57, (1989)
[Leb89]	Leblond J.B., Mathematical modelling of transformation plasticity in steels II : coupling with strain hardening phenomena. <i>Int. J. Plast.</i> , <b>5</b> , 573-591, (1989)
[Lec72]	Lecroisey F., Pineau A., Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system, <i>Metallurgica Transaction</i> , <b>3</b> , 387-396, (1972)
[Mag66]	Magee C.L., Transformation kinetics, microplasticity and aging of martensite in FE-31 Ni. <i>Ph.D. Thesis, Carnegie Institute of Technology, Pittsburgh, PA</i> , (1966)
[Meh53]	Mehl R.F. et Van Winkle D.M., rev. Metall. 50, 465 (1953)
[Nis34]	Nishiyama Z., Sci. Rep. Tohuku Univ., 23, 637, (1934)
[Nis36]	Nishiyama Z., Sci. Rep. Tohuku Imp. Univ., 25, 79, (1936)
[Nis78]	Nishiyama Z., Martensitic transformation, <i>Book-Material science series</i> , (1978)
[Ols75]	Olson G.B., Cohen M., Kinetics of strain-induced martensitic, <i>Metallurgica Transaction</i> , <b>6A</b> , 791-795, (1975)
[Pat53]	Patel J. R., Cohen M., Criterion for the action of applied stress in the martensitic transformation, <i>Acta Metallurgica</i> , <b>1</b> , 531, (1953)
[Pic78]	Pickering F.P., Apl. Sci. Phys. London. (1978),
[Pra03]	Prantil V.C., Callabresi M.L., Lathrop J.F., Ramaswamy G.S., Lusk M.T., Simulating distortion and residual stresses in carburized thin strips. <i>J. Eng. Mat. Tech.</i> , <b>125</b> , 116-124, (2003)
[Sau24]	Sauveur A., Iron Age, 113, 581 (1924).
[Ser05]	Serri J., Martiny M., Ferron G., Finite element analysis of the effects of martensitic phase transformation in TRIP steel sheet forming, <i>Int. J. Mech. Sciences</i> , <b>47</b> , 884, (2005).
[Sho31]	Shoji H., Z.Kristallogr., 77, 381, (1931)
[Skr91]	Skrotzki B., Journal de Physique IV, C8, 367, (1991)
[Str92]	Stringfellow R.G., Parks D.M., Olson G.B., A constitute model for transformation plasticity accompanying strain-induces martensitic

transformation in metastable austenitic steels, *Acta Metall. Mater*, **40**, p1703, (1992)

- [Suz77] Suzuki T., Kojima H., Suzuki K., Hshimoto T., Ichihara M., An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel, *Acta metal.* **25** 1151 (1977).
- [Tal03] Taleb L., Sidoroff F., A micromechanical modeling of the Greenwood-Johnson mechanism in transformation induced plasticity. *Int. J. Plast.*, **19**, 10, 1821-1842, (2003)
- [Tam70] Tamura I., Maki T., Hato H., *Trans. I.S.I.J.* **10**, 163 (1970).
- [Tom01] Tomita Y., Iwamoto T., computational prediction of deformation behavior of TRIP steels under cyclic loading, *Int. J. Mech. Sciences*, **43**, 2017, (2001).
- [Ven62] Venables J.A., *phil. Mag.* 7, 35 (1962).
- [Wan01] Wang J., Van Der Zaag S., Stabilization of retained austenite in transformation induced plasticity. *Met. Mat. Trans. A*, **32A**, 1527 (2001).
- [Was35] Wassermann G., Mitt. K-W-I Eisenforsch., 17, 149, (1935)
- [Way64] Wayman C.M., Introduction to the crystallography of martensitic transformations, *Macmillian series in material science*, (1964)
- [Wec53] Wechsler M.S., Lieberman D.S. and Read T.A, On the theory of the formation of martensite, *Trans. AIME*, **197**, 1503, (1953)

# - CHAPITRE 2 -

## TECHNIQUES ET METHODES EXPERIMENTALES

2.1.	Matériau	
2.2.	Essais de traction	
2.2.1.	Dispositif et protocole des essais de traction	49
2.2.2.	Représentation des données	
2.3.	Texture cristallographique	
2.3.1.	Orientation d'un cristal	
2.3.2.	Fonction de densité des orientations	53
2.4.	Détermination de texture par diffraction de rayons X	
2.4.1.	Diffraction des rayons X	55
2.4.2.	Densité de pôles	56
2.4.3.	Le goniomètre de texture	
2.4.4.	Détermination de f(g) à partir de figures de pôles	58
2.4.5.	Paramètres de réglage utilisés pour la détermination des textures	59
2.5.	Analyse quantitative de phases	
2.5.1.	Acquisition de diffractogrammes intégrés	60
2.5.2.	Traitement des diffractogrammes	60
2.5.3.	Modalités et paramètres expérimentaux retenus	
2.6.	La technique E.B.S.D.	
2.6.1.	Principe de la méthode	64
2.6.2.	Dispositif expérimental	64
2.6.3.	Exploitation des données	65

## **INTRODUCTION**

Nous allons aborder dans ce chapitre les différentes techniques expérimentales utilisées dans cette thèse afin de solliciter en traction un acier AISI 304 et de mesurer les évolutions de texture et de microstructures associées à cette déformation. Nous proposons aussi d'étudier les méthodes d'investigation établies et les différents paramètres de réglage des appareils de mesure.

#### 2.1. Matériau

Le matériau étudié est l'acier inoxydable 304 AISI. Il s'agit d'un acier austénitique instable à faible énergie de fautes d'empilement. Il a été mis à disposition par la société Ugine&ALZ située à Isbergues – France (groupe ARCELOR) sous la forme d'une tôle de 2mm d'épaisseur. Sa composition chimique est donnée dans le tableau 2.1. Les teneurs équivalentes en éléments alphagènes et gammagènes peuvent être calculées par les formules 1.9 données dans le chapitre 1. Nous obtenons :

$$\begin{array}{l}\gamma - eq = 10.48\\\alpha - eq = 18.77\end{array}$$
2.1

La micrographie présentée sur la figure 2.1 présente la microstructure de la tôle dans son état initial. Elle est entièrement en phase austénitique  $\gamma$  avec une taille de grains d'environ 20µm. On y observe de nombreuses macles thermiques. L'analyse des phases par diffraction des rayons X n'a révélé aucune trace de martensite et de ferrite dans le matériau à l'état initial.

La température de début de transformation martensitique Ms du matériau n'a pas été déterminée expérimentalement dans le cadre de cette étude. Cependant, après une trempe dans de l'azote liquide, aucune trace de martensite n'a été observée. La température Ms est donc inférieure à -196°C.

Dans le cadre de ce travail, nous nous sommes proposés de caractériser le comportement mécanique de cet acier lors d'essais de traction à des températures supérieures à Ms. Des échantillons ont été prélevés pour analyse dans la partie des éprouvettes de traction présentant une déformation homogène. Ces échantillons ont été ensuite polis électrolytiquement pour éliminer <sup>1</sup>/<sub>4</sub> de l'épaisseur, à l'aide d'une solution chimique contenant 90% d'acide acétique et 10% d'acide perchlorique pendant 45 secondes sous un voltage de 25V et un ampérage de 1A. Leur microstructure a été analysée au Microscope Electronique à Balayage (MEB) équipé d'un système E.B.S.D. (Electron Back Scattered Diffraction). La proportion des phases en présence et leurs textures ont été déterminées par diffraction des rayons X.

éléments	С	Si	Mn	Cr	Ni	Fe
Mv (g/cm^3)	2.25	2.32	7.20	7.20	8.90	7.86
% poids	0.042%	0.45%	1.15%	18.1%	8.65%	71.61%
% volume	0.14%	1.50%	1.23%	19.38%	7.49%	70.25%

Tableau 2.1 : Composition chimique de l'acier AISI 304.



Figure 2.1- Micrographie de l'acier AISI 304 dans son état initial.

## 2.2. Essais de traction

#### 2.2.1. Dispositif et protocole des essais de traction

Les éprouvettes de traction sont des éprouvettes standardisées, réalisées à l'ENSAM-Metz lors de la thèse de Régis Kubler [Kub04]. Elles ont été découpées de sorte à faire coïncider la direction de traction avec la direction de laminage de la tôle. La figure 2.2 montre les dimensions de l'éprouvette.



Figure 2.2 – Dimensions de l'éprouvette de traction.

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine de traction munie d'un capteur de force de 100kN. Une jauge extensomètrique, permettant de mesurer précisément l'allongement de l'éprouvette, est positionnée sur la partie utile de l'éprouvette. Les essais de traction ont été effectués à déformation imposée avec une vitesse de traverse constante. La vitesse de déformation vraie, calculée à posteriori, correspond à  $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ . Cette faible vitesse de déformation a été choisie afin d'éviter une forte augmentation de la température de l'éprouvette. Par conséquent ces essais quasi-statiques peuvent être considérés comme isothermes. L'acquisition des données est faite par un ordinateur mesurant la force appliquée et le déplacement fourni par l'extensomètre.

Les différents essais de traction ont été réalisés à température ambiante et à -60°C. Dans le dernier cas, l'éprouvette est placée dans une enceinte isotherme. La température de l'éprouvette est mesurée par des capteurs de température fixés sur l'éprouvette et régulée par un jet d'azote liquide.

#### 2.2.2. Représentation des données

Les données acquises par l'ordinateur et la géométrie de l'éprouvette dans son état initial permettent de synthétiser les résultats suivant deux types de représentation.

- Soit, une courbe de traction dite « nominale » ou «conventionnelle » où en ordonnée, la contrainte nominale définie comme le rapport de la force appliquée à l'éprouvette F sur la section initiale (avant chargement) de l'éprouvette So

$$\sigma_N = \frac{F}{S_o}$$
 2.2

est représentée en fonction de la déformation nominale. Cette dernière est définie par le rapport de l'allongement de l'extensomètre  $\Delta l = l$  - lo sur sa longueur initiale lo (avant chargement).

$$\varepsilon_N = \frac{l - l_o}{l_o} = \frac{\Delta l}{l_o}$$
 2.3

- Soit, une courbe de traction dite « vraie » ou « rationnelle ». Dans ce cas, on présente la contrainte vraie qui tient compte de la variation de la section de l'éprouvette en fonction de la déformation vraie qui est le rapport de l'allongement sur la longueur actualisée de l'éprouvette.

$$\varepsilon_{V} = \int_{l_{o}}^{l} \frac{\partial L}{L} = \ln\left(\frac{l}{l_{o}}\right) = \ln(1 + \varepsilon_{N})$$
 2.4

La contrainte vraie est le rapport entre la force appliquée et la section actualisée de l'éprouvette à la déformation donnée.

$$\sigma_V = \frac{F}{S}$$
 2.5

La section actuelle étant difficilement mesurable, on fait l'hypothèse que le volume reste constant pendant le chargement.

$$V = S_o l_o = S.l \tag{2.6}$$

On obtient ainsi :

$$\sigma_{V} = \frac{F}{S} = \frac{Fl}{S_{o}l_{o}} = \sigma_{N}.(1 + \varepsilon_{N})$$
 2.7

Remarque : dans les aciers à transformation de phase, un changement de volume intervient avec la transformation. Nous négligerons dans l'étude ce changement de volume pour calculer la contrainte vraie.

Seules les valeurs rationnelles permettent une comparaison des différents essais mécaniques avec les résultats de simulation.

Dans cette étude, nous représenterons également les courbes du taux de consolidation en fonction de la déformation vraie pour chaque essai de traction. Cette courbe permet d'analyser l'évolution de l'écrouissage du matériau en fonction de la déformation vraie.

Le taux d'écrouissage est défini par :

$$n = \frac{d\sigma_v}{d\varepsilon_v}$$
 2.8

## 2.3. Texture cristallographique

Un matériau polycristallin est formé de grains dont les orientations par rapport au repère de l'échantillon ne sont pas quelconques mais liées au processus d'élaboration. La texture cristallographique du matériau est la statistique d'orientations de ces grains. Elle est à la fois une caractéristique fondamentale pour la compréhension des propriétés anisotropes du matériau, mais aussi un outil essentiel de l'analyse des mécanismes de déformation et de transformation de phase. Dans un premier temps, examinons la notion d'orientation d'un cristal, puis celle de la fonction de densité des orientations.

#### 2.3.1. Orientation d'un cristal

Pour décrire l'orientation d'un grain, nous utilisons deux repères orthonormés (figure 2.3) :

- Un premier repère nommé K<sub>A</sub> est lié à l'échantillon. Pour des raisons pratiques, on choisit comme axes de ce repère les directions connues de l'échantillon à savoir la direction de laminage (DL), la direction transverse (DT), et la direction normale (DN).
- Le second repère  $K_{Bi}$ , lié au cristal, a des axes choisis en fonction de la symétrie de réseau. Pour un cristal cubique, les axes du repère sont parallèles aux directions cristallographiques <100>, <010>, <001>.

L'orientation du cristal est caractérisée par la rotation  $g_i$  qui amène le repère  $K_A$  en coïncidence avec le repère  $K_{Bi}$ .



Figure 2.3 – Orientation d'un cristal et définition des référentiels K<sub>A</sub> et K<sub>Bi.</sub>

La rotation g peut être représentée de différentes manières :

- Par les angles d'Euler [Bun82]. La rotation g est décomposée en trois rotations autour de trois axes particuliers définis ci-dessous (figure 2.4) :
  - Une rotation d'angle  $\varphi_1$  autour de l'axe Oz du repère K<sub>A</sub>, définissant ainsi un nouveau repère K<sub>A</sub>'(O,x',y',z).
  - Une rotation d'angle  $\Phi$  autour de l'axe Ox' du repère K<sub>A</sub>', définissant un troisième repère intermédiaire K<sub>A</sub>''(O,x',y'',z'').
  - Une rotation d'angle  $\phi_2$  autour de l'axe Oz'' du repère K<sub>A</sub>'', définissant le repère K<sub>B</sub>.
- Par une matrice de rotation ou une matrice de changement de base M(g) telle que les composantes x<sub>i</sub> d'un vecteur défini dans K<sub>B</sub> soient projetées dans K<sub>A</sub> par la relation :

$$x_i^{K_A} = M_{ij}^{A \leftarrow B}(g) \cdot x_j^{K_B}$$
 2.9

Cette matrice de changement de base s'exprime en fonction des trois rotations d'Euler par :

$$M^{A \leftarrow B}(g) = \begin{pmatrix} c_1 c_2 - s_1 s_2 c & -c_1 s_2 - s_1 c_2 c & s_1 s \\ s_1 c_2 + c_1 s_2 c & -s_1 s_2 + c_1 c_2 c & -c_1 s \\ s_2 s & c_2 s & c \end{pmatrix}$$
  
avec

 $c_1 = \cos \varphi_1$   $s_2 = \sin \varphi_2$ 

$$c = \cos \phi \qquad s = \sin \phi$$
$$c_2 = \cos \phi_2 \qquad s_2 = \sin \phi_2$$

• Par la notation dite « des métallurgistes » : {hkl}<uvw>, où {hkl} représente les indices de Miller du plan cristallographique perpendiculaire à la direction normale de l'échantillon et <uvw> les indices de Miller de la direction cristallographique parallèle à la direction de laminage de l'échantillon.



Figure 2.4 – Définition des angles d'Euler [Bun82].

#### 2.3.2. Fonction de densité des orientations

La fonction de densité des orientations (F.D.O.) indique la fraction volumique de cristallites d'orientation g donnée à dg près. Elle s'exprime par :

$$\frac{dV}{V} = f(g).dg \tag{2.10}$$

où V est le volume de l'échantillon.

La F.D.O. ou fonction de texture est normée à l'unité sur l'ensemble des orientations et est toujours positive ou nulle.

$$\int f(g)dg = 1 \text{ et } f(g) \ge 0$$
 2.11

avec dg égal à

$$dg = \frac{1}{8\pi^2} \sin \phi d\varphi_1 d\phi d\varphi_2 \qquad 2.12$$

dans le cas des angles d'Euler défini par [Bun82].

Dans la méthode harmonique, la fonction de texture est développée en série sur la base de fonctions harmoniques sphériques généralisées [Bun65] :

$$f(g) = \sum_{m=-l}^{l} \sum_{n=-l}^{l} \sum_{l=0}^{+\infty} C_{l}^{mn} T_{l}^{mn}(g) \text{ avec } l \in \mathbb{N} \text{ et } m, n \in \mathbb{Z}$$
 2.13

Les coefficients  $C_l^{mn}$  sont les coefficients représentatifs de la texture

On caractérise l'acuité de la texture par l'indice de texture IT défini par :

$$IT = \oint f(g)^2 dg = \sum_{l,m,n} \frac{l}{2l+1} |C_l^{mn}|^2$$
 2.14

On représente la fonction des orientations par des sections à angle  $\varphi_1$  ou  $\varphi_2$  constant. Dans cette étude, la F.D.O. de l'austénite est principalement représentée par la section à  $\varphi_2$ =45° qui contient la plupart des composantes de texture classiquement observées dans les aciers. En effet, les textures de laminage des matériaux de structure CFC se composent souvent d'un ensemble d'orientations préférentielles réparties le long d'une fibre  $\beta$  comprenant les orientations caractéristiques {110}<112> et {112}<111> appelées respectivement, composante laiton et composante cuivre. De fortes densités d'orientations sont aussi présentes le long d'une fibre appelée  $\alpha$  comprise entre les orientations (111)<10> et (111)<123>. Ces trois fibres sont facilement reconnaissables sur la section de la F.D.O. à  $\varphi_2$  = 45° (figure 2.5) [Gar02]. Le tableau 2.2 liste les différentes orientations caractéristiques pour les matériaux de structure CFC.



Figure 2.5 - Orientations et fibres caractéristiques de la phase CFC projetées dans la section à  $\phi_2$ =45° de la F.D.O.

Composantes de texture							
Nom français	Nom anglais	Notation	Angles d'Euler	Angles d'Euler			
2	, i i i i i i i i i i i i i i i i i i i	{hkl} <uvw></uvw>	φ <sub>1</sub> ; <b>φ</b> ;φ <sub>2</sub>	à φ₂= 45°			
Cuivre	Copper	{112}<111>	90;35.26;45	90;35.26;45			
Laiton	Brass (Bs)	{011}<112>	35.26;45;90	54.73;90;45			
Goss	Goss	{011}<100>	0;45;90	90;90;45			
Cube	Cube	{001}<100>	0;0;0	90;35.26;45			
Laiton tourné	Rotated Brass	{110}<111>	35.26;90;45	35.26;90;45			

Tableau 2.2 : Orientations caractéristiques de la phase CFC.

La texture des matériaux cubiques centrés est également souvent caractérisée par des fibres apparaissant sur la F.D.O. à  $\varphi_2 = 45^\circ$  (figure 2.6, tableau 2.3). Ces orientations préférentielles sont souvent le résultat d'un processus de déformation et/ou de recristallisation. Dans notre étude, la martensite  $\alpha$ ' de structure CC est produite par transformation de phase de l'austénite en respectant des relations d'orientations entre les deux phases. Par conséquent, les orientations de la martensite sont directement liées à la texture de l'austénite.



Figure 2.6 - Orientations et fibres caractéristiques de la phase CC projetées dans la section à  $\varphi_2$ =45° de la F.D.O.

Mat.	Fibre	Axe de fibre	Principales composantes de la fibre	Angle d'euler
	$\alpha_{cfc}$	<110>//DN	{001}<110>à {110}<110>	De (0,45,0) à (90,45,0)
CFC	$\beta_{cfc}$		{110}<112>à {112}<111>	De (35.26,45,90) à (90,35.26,45)
	Yefe	<111>//DN	{111}<110>à {111}<112>	De (0,54.73,45) à (90,54.73,45)
	$\alpha_{cc}$	<110>//DL	{001}<110>à {111}<110>	De (0,0,45) à (0,54.73,45)
CC	β <sub>cc</sub>		{112}<110> à {332}<113>	De (0,35.26,45) à (90,64.76,45)
	$\gamma_{cc}$	<111>//DN	{111}<110>à {111}<112>	De (0,54.73,45) à (90,54.73,45)

Tableau 2.3 : Fibres caractéristiques des phases CC et CFC.

## 2.4. Détermination de texture par diffraction de rayons X

La détermination de la texture par diffraction de rayons X passe par l'acquisition de figures de pôles à l'aide d'un goniomètre de texture. Après avoir rappelé le principe de la diffraction des rayons X, nous présentons dans les grandes lignes les aspects expérimentaux de l'acquisition de données conduisant au calcul de la fonction de texture.

#### 2.4.1. Diffraction des rayons X

Lorsqu'un faisceau de rayons X monochromatique irradie un matériau métallique, une partie du faisceau est réémise sous forme d'un rayonnement X de même longueur d'onde. Ce phénomène est appelé diffusion. Le faisceau diffracté correspond aux rayonnements de diffusion en phase. Le faisceau diffracté a une direction définie par rapport à la direction du faisceau incident. La relation entre longueur d'onde, angle entre les faisceaux et distance entre plans réticulaires est la loi de Bragg, illustrée par la figure 2.7. [Gui56]

$$2.d_{hkl}.\sin\theta = n.\lambda \qquad 2.15$$

avec

d<sub>hkl</sub> : distance entre deux plans réticulaires consécutifs,

 $\theta$  : angle des rayons incidents ou diffractés avec le plan réticulaire,

n : nombre entier appelé ordre de la réflexion.

Cette loi signifie que pour un rayonnement monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$  donnée, la bissectrice du faisceau incident et du faisceau diffracté doit être parallèle à la normale de la famille de plans réticulaires distants de d<sub>hkl</sub>.



# Figure 2.7 – Représentation schématique de la diffraction des rayons X : conditions de Bragg-Brentano.

Pour une intensité incidente I<sub>o</sub>, l'intensité I<sub>hkl</sub> des rayons diffractés par les plans (hkl) dépend principalement :

- du pouvoir diffractant du plan hkl.
- du volume de matériau irradié.
- de la texture du matériau.

#### 2.4.2. Densité de pôles

La densité de pôles  $P_{hi}(\vec{y})$  dans la direction  $\vec{y}$  correspond à la fraction volumique de cristallites dont la normale  $h_i$  au plan {hkl} est parallèle à une direction  $\vec{y}$  du repère de l'échantillon (figure 2.8).

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_{hi}(\vec{y}).d\vec{y}$$
 2.16

La densité de pôles est souvent représentée par la figure de pôles qui, à la projection stéréographique de la direction  $\vec{y}$  dans le plan équatorial de la sphère des pôles, fait correspondre la densité de pôles. Par abus de langage, on confond souvent densité et figure de pôles.

On montre que la fonction de texture peut être déterminée à partir d'un nombre suffisant de figures de pôles pouvant être mesurées par un goniomètre de texture.



Figure 2.8 – Représentation schématique de la densité de pôle.

#### 2.4.3. Le goniomètre de texture

Le goniomètre de texture permet de mesurer l'intensité diffractée dans une direction macroscopique de l'échantillon, en orientant celui-ci par rapport au faisceau incident de rayons X et au détecteur par des rotations appropriées. Un faisceau parallèle de rayons X de longueur d'onde  $\lambda$ , contenu dans le plan horizontal est dirigé vers le centre commun à tous les mouvements de rotation du goniomètre. Dans ce même plan horizontal, un détecteur de photons X est positionné dans une direction faisant un angle 20 avec le faisceau incident. L'angle  $\theta$  est calculé selon la loi de Bragg en fonction de la distance interréticulaire des plans (hkl) à faire diffracter. On amène le vecteur de diffraction dans toutes les directions de l'espace défini par le référentiel de l'échantillon afin de faire diffracter les plans (hkl) du matériau en position de Bragg. Cette opération est obtenue de la manière suivante : on effectue tout d'abord une rotation d'angle  $\phi$  autour de l'axe de laminage (DL) ou transversale (DT) (figure 2.9) (déclinaison), puis l'échantillon est mis en rotation autour de sa normale, rotation caractérisée par l'angle d'azimut β. L'angle de déclinaison est souvent limité à 70° afin d'éviter les effets de défocalisation du faisceau sur le matériau. A chaque position  $(\phi,\beta)$ , le compteur détecte une intensité  $I_{hkl}(\vec{y})$ . Suivant la relation 2.17, cette intensité est liée linéairement à la densité des pôles, notée  $P_{hkl}(\vec{y})$  qui correspond à la fraction volumique de cristallites dont les normales aux plans (hkl) sont parallèles à une direction macroscopique  $\vec{y}$ liée à l'échantillon. Afin d'avoir accès à la fonction de densité de pôles, les intensités brutes doivent être corrigées (correction de bruit de fond, correction de défocalisation, coefficient de normalisation). Les intensités brutes ou corrigées peuvent être représentées par des lignes d'isointensité sur la sphère des pôles ou sur le cercle équatorial par projection stéréographique (figure de pôles). [Bun97]

$$I_{hkl}^{i} = \frac{K}{2\mu_{m}} R_{hkl}^{i} \cdot f^{i} \cdot P_{hkl}^{i} + I_{BF}$$
 2.17

K : Constante qui dépend de l'appareillage, de la longueur d'onde utilisée et de l'intensité du rayonnement.

- $\mu_m$ : Coefficient d'absorption linéique du matériau.
- f<sup>i</sup> : Fraction volumique de la phase i.
- R<sub>hkl</sub>: Coefficient de réflexion du plan.
- I<sub>BF</sub> : Intensité du bruit de fond.



Figure 2.9 – Goniomètre de texture.

#### 2.4.4. Détermination de f(g) à partir de figures de pôles

Comme décrit précédemment, le goniomètre de texture permet de déterminer l'intensité  $I_{hkl}(\vec{y})$  diffractée dans une direction macroscopique de l'échantillon. Elle est reliée à la densité des pôles, notée  $P_{hkl}(\vec{y})$  qui correspond à la fraction volumique de cristallites dont les normales aux plans {hkl} sont parallèles à une direction macroscopique  $\vec{y}$  liée à l'échantillon (relation 2.17).

$$\frac{dV}{V} = \frac{1}{4\pi} P_{hkl}(\vec{y}).dy \qquad 2.18$$

Par ailleurs, on peut rappeler que la fonction de texture formée d'une partie paire et d'une partie impaire, indique la fraction volumique de cristallites dans une orientation g donnée à dg près. Elle s'exprime par :

$$\frac{dV}{V} = f(g).dg \text{ avec } f(g) = \tilde{f}(g) + \tilde{\tilde{f}}(g)$$
 2.19

La fonction de densité des orientations est liée à la fonction de densité des pôles. Cependant, la centro-symétrie de la diffraction des rayons X, donnant accès à la densité de pôles ne permet pas de distinguer les plans d'indice h,k,l et  $\overline{h}, \overline{k}, \overline{l}$ . De ce fait, uniquement la partie paire de la fonction de densité des orientations est liée à la fonction de densité des pôles par l'équation intégrale suivante :

$$\frac{1}{4\pi} P_{hkl}(\vec{y}) dy = \oint_{hkl/ly} \widetilde{f}(g)$$
 2.20

La détermination de la fonction de texture par diffraction de rayons X consiste donc à obtenir la partie paire de f(g), connaissant les densités de différents pôles dans différentes directions de l'espace, mesurées dans un goniomètre de texture. La partie impaire est ensuite estimée en utilisant la positivité de la fonction de texture.

#### 2.4.5. Paramètres de réglage utilisés pour la détermination des textures

Les mesures de la texture ont été réalisées sur un goniomètre, référencé D5000. Le goniomètre est équipé d'une anode de chrome et d'un détecteur linéaire. Les tableaux 2.4 donnent l'angle 20 pour chaque plan cristallographique des structures CFC, HC et CC, calculé

avec la longueur d'onde K $\alpha_1$  du chrome  $\lambda$ =2.29 Å ou  $\lambda$ =2,29.10<sup>-1</sup> nm . La colonne intensité « I1 » liste les intensités relatives des raies de diffraction par rapport à la raie la plus intense de leur phase respective, fixée arbitrairement à 100. La deuxième colonne intensité « I2 », liste les intensités relatives des raies de diffraction par rapport à la raie la plus intense du matériau, à savoir la raie {110}<sub> $\alpha$ </sub>.

Austénite CFC							
Plan 20 11 12							
h	k			20	11	12	
1	1	1		67.06	100	75.0	
2	0	) (	)	79.26	46	34.5	
2	2	2 0	)	127.82	23.3	17.9	

	Martensite $\alpha'$ BCC							
F	Plar	۱	<b>2</b> 0	11	12			
h	k	Ι						
1	1	0	68.63	100	100			
2	0	0	105.74	19.6	19.6			
2	1	1	156.03	27.5	27.5			

		Martensite $\epsilon$ HCP						
	F	Plar	ſ	<b>2</b> 0	11	12		
	h	k	Ι					
)	1	0	0	62.77	25.6	17.3		
6	0	0	2	67.06	27.9	18.8		
5	1	0	1	72.24	100.0	67.4		
	1	0	2	98.78	16.1	10.9		

# Tableau 2.4 : Angle et intensité de diffraction des différents plans CFC, HC et CC pour la longueur d'onde $\lambda=2.29 \stackrel{\circ}{\text{A}}$ des rayons X.

La détermination de la texture est d'autant plus précise que le nombre de figures de pôles mesurées est grand. Cependant les faibles intensités relatives de certaines raies rendent difficiles la mesure des figures de pôles. Ainsi, parmi les figures de pôles martensitiques et austénitiques, nous ne retenons que les 3 plus intenses, à savoir les figures  $\{110\}_{\alpha'}, \{200\}_{\alpha'}$  et  $\{211\}_{\alpha'}$  et les figures de pôles  $\{111\}_{\gamma}, \{200\}_{\gamma}$  et  $\{220\}_{\gamma}$ . Comme nous pouvons le constater dans les tableaux 2.4, les plans  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{110\}_{\alpha'}$  ont des angles de diffractions 20 très proches. Aux fortes déclinaisons de l'échantillon, ces deux raies se superposent et rendent difficiles les mesures d'intensité de l'une ou l'autre des figures de pôles  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{110\}_{\alpha'}$ . Un calcul de la texture a été effectué en retirant ces deux figures de pôles de l'analyse, en utilisant donc que les figures  $\{200\}_{\alpha'}$  et  $\{211\}_{\alpha'}$  pour la phase  $\alpha'$  et les figures  $\{200\}_{\gamma}$  et  $\{220\}_{\gamma}$  pour la phase austénitique. Les résultats ont montré que la texture  $\alpha'$  ou  $\gamma$  ainsi

calculée était de mauvaise qualité (cela est dû aux faibles intensités diffractantes des figures de pôles utilisées). Il était donc nécessaire de prendre en compte les deux figures de pôles  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{110\}_{\alpha'}$ , même si l'on doit être conscient que l'information recueillie sur une raie peut être perturbée par la raie voisine.

Les fonctions de texture ou fonctions de densité des orientations ont été calculées à partir des figures de pôles expérimentales en utilisant la méthode harmonique. Le rang de développement des fonctions harmoniques paires est de 16. Le rang de développement avec la positivité est de 22, et le rang de développement des fonctions impaires est de 21.

#### 2.5. Analyse quantitative de phases

Les produits de transformation qui se forment lors de la déformation des aciers austénitiques instables, sont en particulier la martensite  $\varepsilon$  et  $\alpha$ '. Ils peuvent être identifiés et quantifiés à partir de diffractogrammes  $\theta$ -2 $\theta$  intégrés, déterminés à l'aide d'un goniomètre de texture.

#### 2.5.1. Acquisition de diffractogrammes intégrés

Un diffractogramme donne l'intensité des raies de diffraction en fonction de l'angle de diffraction 2 $\theta$ . Si le matériau sur lequel on mène l'expérience de diffraction est texturé, le diffractogramme dépend de l'orientation de l'échantillon. Ainsi, afin de minimiser l'effet de texture du matériau sur les résultats, on effectue un diffractogramme pour chaque orientation de l'échantillon, mis en rotation autour de l'axe azimutal d'angle  $\beta=0^{\circ}$  à 360° et décliné de  $\phi=0^{\circ}$  à 70° autour de l'axe DL. Tous les diffractogrammes sont ensuite sommés, le résultat forme ce que l'on appelle un diffractogramme « intégré ».

#### 2.5.2. Traitement des diffractogrammes

La figure 2.10 présente un diffractogramme intégré brut. On peut observer un piédestal correspondant au fond continu surmonté par les raies de diffraction. Le fond continu provient de réflexions parasites dues à une source de rayons X non parfaitement monochromatique, à la fluorescence du matériau ou à la diffusion dans l'air. On détermine son intensité par une mesure de part et d'autre des raies de diffraction. A chaque raie correspond un plan d'une phase, que l'on note (hkl)<sub>i</sub>, avec h,k, et l, les indices du plan de la phase i.

Une fois le fond continu retranché du diffractogramme, l'aire sous chaque pic représente l'intensité  $I_{hkl}^{i}$  diffractée par le plan (hkl) de la phase i et s'exprime par la relation :

$$I_{hkl}^{i} = \frac{K}{2\mu_{m}} R_{hkl}^{i} . f^{i} . P_{hkl}^{i}$$
 2.21

$$R_{hkl}^{i} = \frac{\left|F_{hkl}^{i}\right|^{2} \times m_{hkl}^{i} \times Lp \times D^{i}}{v^{i^{2}}}$$
 2.22

avec les différents termes suivants :

K : Constante qui dépend de l'appareillage, de la longueur d'onde utilisée et de l'intensité du rayonnement.

 $\mu_m$ : Coefficient d'absorption linéique du matériau.

f<sup>1</sup>: Fraction volumique de la phase i.

 $P_{hkl}^{i}$ : Densité de pôles de la phase i.

- $F_{hkl}$ : Facteur de structure pour la réflexion (hkl).
- m : Multiplicité des plans.
- Lp : Coefficient de Lorentz polarisation.
- D : Coefficient de Debye-Waller.
- v : Volume de la maille élémentaire.



Figure 2.10 – Diffractogramme intégré.

On déduit de l'expression 2.21 la fraction volumique de la phase considérée

$$f^{i} = \frac{I^{i}_{hkl}}{R^{i}_{hkl} \cdot P^{i}_{hkl}} \times \frac{2\mu_{m}}{K}$$
 2.23

Cependant cette relation est fonction du coefficient K. Pour s'affranchir de la mesure de K, on tient compte du fait que :

$$1 = \sum_{1}^{n} f^{i} = \sum_{1}^{n} \frac{I^{i}_{hkl}}{R^{i}_{hkl} \cdot P^{i}_{hkl}} \times \frac{2\mu_{m}}{K} = \frac{2\mu_{m}}{K} \sum_{1}^{n} \frac{I^{i}_{hkl}}{R^{i}_{hkl} \cdot P^{i}_{hkl}}$$

De ce fait :  $\frac{2\mu_m}{K} = (\sum_{1}^{n} \frac{I_{hkl}^i}{R_{hkl}^i} P_{hkl}^i)^{-1}$ 

La fraction volumique de la phase i est alors égale à :

$$f^{i} = \frac{\frac{I^{i}_{hkl}}{R^{i}_{hkl}.P^{i}}}{\sum_{m=1}^{N} \frac{I^{m}_{hkl}}{R^{m}_{hkl}.P^{m}_{hkl}}}$$
2.24

La fraction volumique est généralement calculée à partir de la raie intense de chacune des phases pour diminuer l'erreur due à la statistique de comptage. Cependant, quand ces raies intenses sont trop proches l'une de l'autre, comme c'est le cas dans cette étude, on calcule

 $\frac{I}{R.P}$  pour d'autres raies moins intenses mais plus isolées de ces phases et on utilise la

moyenne  $\frac{I^i}{R^i \cdot P^i}$  pour quantifier la fraction volumique de chaque phase.

$$f^{i} = \frac{\frac{I^{i}_{hkl}}{R^{i}_{hkl}.P^{i}_{hkl}}}{\sum_{m=1}^{N} \frac{I^{m}_{hkl}}{R^{m}_{hkl}.P^{m}_{hkl}}}$$
2.25

La détermination de f<sup>i</sup> requiert le facteur  $R_{hkl}$  (obtenu des données matériau), la densité P déduite de la texture et l'intensité diffractée  $I_{hkl}^{i}$ . Cette valeur, qui correspond à l'aire des pics de diffraction, doit être mesurée précisément. On commence par représenter le diffractogramme par une superposition de fonctions à variables d'ajustement, en l'occurrence, ici des fonctions de PEARSON VII. Cette façon d'opérer permet de tenir compte des pics qui se recouvrent. L'aire de chaque pic est ensuite calculée par l'intégration de ces fonctions. Une fois chaque intensité calculée, les fractions volumiques des phases peuvent être déterminées par l'expression 2.25.

#### 2.5.3. Modalités et paramètres expérimentaux retenus

Les mesures ont été effectuées sur un goniomètre SIEMENS D8 muni d'un détecteur plan GADDS (General Area Detector Diffraction System). Ce genre de détecteur permet de réduire considérablement les temps d'expérimentation. Le détecteur linéaire (utilisé pour la mesure des textures) ne permet de détecter qu'un domaine angulaire 20 restreint compris entre 1 et 10° et d'angle de déclinaison de 1 à 5°. Le détecteur plan permet d'obtenir en une seule mesure un ou plusieurs anneaux de diffraction (de Debye-Sherrer). En effet, ce détecteur couvre une plage de 30° d'angle 20 et de 30° de déclinaison. Ainsi les mesures se font de 30° en  $30^{\circ}$  en déclinaison tout en recevant l'information de plusieurs raies à la fois, situées dans un intervalle 20 de  $30^{\circ}$ . Pour acquérir un diffractogramme précis, il faut des temps de comptage longs pour un angle de déclinaison et un angle azimutal donnés. Un gain de temps significatif par rapport à un détecteur linéaire est réalisé par l'emploi d'un détecteur plan.

L'analyse quantitative des phases requiert des diffractogrammes expérimentaux de bonne qualité, nécessitant un temps de comptage important. Le traitement rigoureux de ces données conduit à une précision de la quantification de phases inférieure à  $\pm$  3%.

Le choix de la longueur d'onde des rayons X est un facteur important dans l'analyse de phases par DRX. En effet, elle conditionne l'intensité de la fluorescence<sup>1</sup> du matériau étudié

<sup>&</sup>lt;sup>1</sup> <u>La fluorescence</u> ; Les électrons d'un atome sont situés sur des couches représentant des niveaux d'énergie, elles sont nommées K,L,M,N... K étant le niveau énergétique le plus intense. Lorsque l'énergie du photon X incident dépasse une énergie seuil dépendant de l'atome irradié, il est possible d'arracher un électron de la couche K ou L, ce qui laisse l'atome dans une situation instable. L'atome redevient stable lorsqu'un électron de niveau inférieur (exemple LMNO pour la couche K) vient combler cette lacune. Ce transfert d'électron d'une couche à l'autre s'accompagne de l'émission de photons X ; on parle alors de fluorescence.

et d'après la relation 2.15 la position angulaire de chaque pic. Ainsi, nous définissons deux critères de sélection :

• Moins importante sera la fluorescence du matériau, plus la mesure des intensités diffractées des plans sera précise :

La fluorescence du matériau dépend de la longueur d'onde utilisée et de la composition du matériau. Lorsque l'énergie du photon X, inversement proportionnelle à sa longueur d'onde, dépasse un certain seuil énergétique fonction de la composition du matériau, celui-ci fluoresce. Le tableau 2.5 donne les différentes longueurs d'onde K $\alpha_1$  des rayons X émis par différents matériaux utilisés comme anode. Il donne également les seuils d'absorption K $\alpha$  des principaux éléments de l'acier 304. Ainsi, si la longueur d'onde des rayons X émis par l'anode est supérieure au seuil d'absorption de l'élément, celui-ci ne fluorescera pas. Ce tableau croisé montre les anodes à utiliser afin d'éviter la fluorescence des principaux éléments du matériau. Nous constatons que seules les anodes de Nickel et de Cuivre font fluorescer le fer. Cependant, l'acier 304 est riche en Chrome (18.1%) : seules les anodes de manganèse et de chrome ne font pas fluorescer cet élément. Par conséquent ces deux matériaux sont à privilégier dans notre sélection de l'anode.

 Plus la longueur d'onde est grande, plus les raies de diffraction sont éloignées angulairement les unes des autres ce qui facilite la séparation de raies : L'écartement des raies de diffraction avec l'augmentation des longueurs d'onde est bien représenté par les diffractogrammes figure 2.11. Tous deux sont des diffractogrammes théoriques. Le premier suppose une anode de cuivre (figure 2.11a) et le second une anode de chrome (figure 2.11b). On peut voir que les raies de diffractions (110)α' et (111)γ sont distantes de 0.95° avec l'anode de cuivre mais de 1.57° avec l'anode de chrome.

En conclusion, l'anode de chrome permet de limiter à la fois la fluorescence de l'acier 304 et d'obtenir une séparation assez importante des raies de diffraction. Par conséquent, la quantification des phases de l'acier 304 par diffraction des rayons X a été effectuée à l'aide de

					ANOD	E		
			Cr	Mn	Fe	Со	Ni	Cu
		$\lambda$ =K $\alpha_1$	2,294	2,106	1,939	1,793	1,661	1,544
Ц	Fe	1.74346	Ν	Ν	Ν	Ν	F	F
ΞMΕ	Cr	2.0702	Ν	Ν	F	F	F	F
ELI	Ni	1.48807	Ν	Ν	Ν	Ν	Ν	Ν
Flu	Fluorescence du matériau			Aucune	Faible	Faible	Forte	Forte

la raie K $\alpha$  ( de longueur d'onde  $\lambda$ =2.294 Å) d'une anode de chrome.

N : l'anode ne fait pas fluorescer l'élément F : l'anode fait fluorescer l'élément

Tableau 2.5 : Fluorescence des principaux éléments de l'acier AISI 304.



Figure 2.11 – Diffractogramme théorique :A) Obtenu avec une anode de Cuivre.B) Obtenu avec une anode de Chrome.

## 2.6. La technique E.B.S.D.

## 2.6.1. Principe de la méthode

La technique E.B.S.D. (Electron Back-Scattered Diffraction) permet d'obtenir les orientations cristallographiques des grains dans un matériau, connaissant leur structure cristallographique. Le principe de la mesure consiste à focaliser un faisceau d'électrons stationnaires sur un grain dont on désire déterminer l'orientation [Sch93]. Les électrons rétrodiffusés au sein de la matière, qui sont en incidence de Bragg par rapport aux plans cristallins du grain, sont diffractés donnant ainsi naissance à deux cônes de diffraction d'angle au sommet ( $\pi$ -2 $\theta$ ), appelés cônes de Kossel. L'intersection de ces cônes de Kossel, avec un dispositif de détection tel qu'un écran phosphorescent, forme un diagramme de Kikuchi. Les angles de diffraction étant petits pour un faisceau d'électrons très énergétiques, les deux hyperboles apparaissent comme deux lignes parallèles. L'indexation cohérente de l'ensemble des bandes de Kikuchi, en respectant les angles entre les plans et en déterminant leurs axes de zone, permet de déterminer l'orientation du grain par rapport à un repère lié à l'échantillon.

#### 2.6.2. Dispositif expérimental

Dans la pratique, l'échantillon est placé dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB), et est incliné de telle sorte que l'angle formé par la normale de l'échantillon et le faisceau d'électrons incidents soit de 70°. Le dispositif comprend un écran phosphorescent sur lequel les électrons rétrodiffusés forment le diagramme. Une caméra, reliée à un ordinateur, assure l'enregistrement du diagramme. Un logiciel d'indexation automatique des bandes de Kikuchi détermine la structure cristallographique et l'orientation du grain étudié, à partir d'un fichier de données cristallographiques des phases.

Une application importante de la technique EBSD est la détermination de la distribution spatiale des orientations de l'échantillon en corrélation avec la microstructure. Dans ce cas, le système EBSD est utilisé en mode 'cartographie' dans lequel le faisceau d'électrons est dirigé sur la surface à analyser suivant une grille prédéfinie. En chaque nœud de la grille, le système

procède à l'acquisition et à l'indexation du diagramme de Kikuchi. Le fichier de données contient alors pour chaque point analysé :

- les coordonnées du point
- la nature de la phase détectée
- l'orientation correspondante
- l'indice de qualité<sup>2</sup> (IQ) du diagramme de Kikuchi.

Dans le cadre de cette thèse, nous avons utilisé le système EBSD 'Channel – HKL Technology' dans un MEB JEOL 6005F équipé d'un canon à effet de champ. Ce dispositif permet dans le cas des aciers, d'atteindre une résolution spatiale en mode cartographie de 20 à 50nm (variable en fonction de l'état métallurgique du matériau).

#### 2.6.3. Exploitation des données

L'ensemble de ces données est exploité par un module d'analyse qui génère diverses représentations graphiques et en particulier les cartographies d'orientations. L'ensemble des mesures d'orientations peut également être exploité en vue de déterminer la texture macroscopique du matériau. Dans ce cas, à chaque mesure d'orientation g, on associe une fonction gaussienne centrée sur l'orientation, de largeur à mi-hauteur donnée. La fonction de texture f(g) est alors la superposition de ces gaussiennes. Cependant, il faut au préalable s'assurer que les mesures EBSD couvrent un nombre de grains suffisamment important, représentatifs de la texture.

Dans ce travail, l'acquisition de cartographies d'orientations par EBSD nous a permis :

- d'identifier les mécanismes de déformation (présence de micrômacles, de martensite  $\epsilon/\alpha'$ , et de préciser leur localisation dans les grains),
- d'analyser la cinétique de transformation martensitique en fonction des orientations γ.
- de caractériser les variantes α' sélectionnées dans différentes populations de grains γ d'orientations proches,
- d'étudier les mécanismes de la transformation de phase (de préciser les relations d'orientations, le rôle de la martensite  $\varepsilon$ , d'analyser les mécanismes de sélection de variantes).

Pour la plupart des analyses, nous avons pris en compte la présence des 3 phases  $\gamma/\epsilon/\alpha'$ . Des études préliminaires ont permis de fixer les paramètres d'acquisition et d'indexation des clichés de Kikuchi afin de réduire les erreurs d'indexation et d'optimiser les temps d'analyse. Les paramètres d'analyse retenus sont les suivants :

- coïncidence des 8 bandes simulées et expérimentales pour déterminer une orientation,
- de 24 à 48 ms de temps d'intégration de la caméra,
- 1 à 2 clichés expérimentaux moyennés avant analyse
- pas de déplacement de 50 à 100 nm.

<sup>&</sup>lt;sup>2</sup> L'indice de qualité d'un diagramme décrit l'intensité moyenne des bandes de diffraction par rapport au bruit de fond. Il est très sensible aux imperfections locales du cristal telles que les dislocations [Ran92]. En général, les diagrammes de diffraction sont de mauvaise qualité aux joints de grains (superposition de plusieurs diagrammes, topologie, ...) ou dans des zones fortement déformées (densité de dislocations élevée). De ce fait, une carte de l'IQ permet de visualiser la microstructure.

Le taux d'indexation moyen des cartes est d'environ 80%. Les clichés de Kikuchi non indexés sont souvent observés près des joints de grains où deux clichés de diffraction se superposent. De plus, les grains austénitiques, tout comme la fine structure martensitique contiennent une densité élevée de dislocations qui conduit à des clichés flous et difficiles à indexer. On peut signaler que du fait du nombre relativement élevé de clichés non indexés, il est impossible de faire une évaluation précise des fractions volumiques des phases  $\alpha'$  ou  $\varepsilon$  par EBSD. Cependant de telles cartographies contiennent d'importantes informations sur les orientations des phases  $\gamma$ ,  $\alpha'$  et  $\varepsilon$ .

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

[Bun65]	Bunge H.J., Zeitschrift für Metallkunde, 56, 872 (1965).
[Bun82]	Bunge H.J., Texture analysis in material science. <i>Butterworth Publ. London</i> . (1982).
[Bun97]	Bunge H.J., Esling C., Texture et anisotropie des matériaux, <i>Techniques de l'ingénieurs</i> , <b>MC1</b> sept. (1997).
[Gar02]	Gardiola B, Etude des propriétés mécaniques d'aciers HSLA obtenus par CSP en relation avec les textures, les microstructures et changements de phase, <i>Thèse de doctorat université de Metz</i> (2002).
[Gui56]	Guinier A., Théorie et technique de la radiocristallographie. <i>Dunod, Paris</i> (1956).
[Kub04]	Kubler R., Etude du comportement des aciers à effet TRIP : approches micromécanique et phénoménologiques - application à la mise en forme, <i>Thèse docteur-ingénieur, ENSAM Metz</i> (2004).
[Sch93]	Schwarzer R.A., Texture and microstructure, 20, 7, (1993).

# - CHAPITRE 3 -

## **RESULTATS EXPERIMENTAUX**

Influence de la température sur le comportement en traction de l'acier AISI 304 : évolutions des microstructures et des textures

3.1.	Essais de traction à température ambiante et à -60°C	
3.2.	Cinétique de transformation de phase	
3.3.	Evolution de la texture austénitique et martensitique	
3.3.1.	Evolution de texture à la température de –60°C	80
3.3.2.	Evolution de texture à la température ambiante (≈20°C)	83
3.4.	Analyse des microstructures et des textures locales par E.B.S.D	
3.4.1.	Déformation à la température de –60°C	85
3.4.	1.1. Analyse de la phase γ résiduelle lors de la déformation	85
3.4.	1.2. Analyse des phases martensitiques	
3.4.2.	Déformation à la température ambiante	
3.4.2	2.1. Analyse de l'austénite résiduelle	
3.4.2	2.2. Analyse des micro-macles et de la martensite $\varepsilon/\alpha'$	103
## **INTRODUCTION**

Dans cette partie, nous rassemblons les résultats expérimentaux concernant le comportement mécanique en traction de l'acier 304 à différentes températures. Les courbes de traction, les cinétiques de transformation ainsi que les évolutions de microstructure et de texture au cours de la déformation sont présentées et analysées avec pour objectif de comprendre les mécanismes de déformation actifs et leur influence sur le comportement mécanique de l'acier.

## 3.1. Essais de traction à température ambiante et à -60°C

Différents essais de traction ont été réalisés à la température de  $-60^{\circ}$ C et à température ambiante ( $\approx 20^{\circ}$ C) à la vitesse de déformation  $\dot{\varepsilon} = 10^{-4} s^{-1}$ . La température de  $-60^{\circ}$ C a été choisie afin de se rapprocher de la température Ms du matériau et ainsi favoriser la transformation martensitique par déformation de l'acier. Pour analyser l'influence de la température sur les mécanismes de déformation actifs et donc sur le comportement mécanique de l'acier, une deuxième série d'essais a été réalisée à la température ambiante. Pour chaque température de déformation, trois éprouvettes ont été déformées à différents taux de déformation jusqu'à rupture. Cela permet de vérifier la reproductibilité des essais et d'analyser les évolutions et caractéristiques des phases en présence à partir d'échantillons de traction interrompue. Le tableau 3.1 reprend l'ensemble des essais réalisés.

Température	Déformation nominale de l'essai	Dénomination de l'essai	
	10%	T-60_10%	
-60	20%	T-60_20%	
	30%(rupture)	T-60_30%	
	15%	Tamb_15%	
Ambiante	30%	Tamb_30%	
	80%(rupture)	Tamb 80%	

#### Tableau 3.1 - Récapitulatif des essais.

La figure 3.1 représente les courbes de traction vraie  $\sigma_V = f(\varepsilon_V)$  pour les deux températures -60°C et ambiante. L'exploitation de ces courbes permet de déduire les caractéristiques mécaniques conventionnelles en traction de l'acier, à savoir la limite d'élasticité à 0.2% de déformation conventionnelle R<sub>p0.2</sub>, la résistance R<sub>m</sub> et l'allongement à rupture A% (données présentées en contrainte et déformation vraie). Ces données sont indiquées dans le tableau 3.2. L'évolution du taux d'écrouissage avec la déformation  $d\sigma_v/d\varepsilon_v = f(\varepsilon_v)$  est donnée figure 3.2, pour les deux températures de déformation. La striction n'est apparue que sur l'éprouvette sollicitée à température ambiante.

Les 2 courbes de traction (figure 3.1) montrent deux types de comportement mécanique significativement différents en fonction de la température d'essai de l'acier :

- A température ambiante, l'acier 304 présente de remarquables caractéristiques mécaniques, en combinant une ductilité élevée (58% de déformation vraie) et une haute résistance mécanique (1400MPa). Le taux d'écrouissage est pratiquement constant au cours de la déformation.
- A la température de -60°C, la courbe de traction présente d'abord un domaine de déformation facile (jusqu'à 10% de déformation vraie) suivi d'une augmentation importante de l'écrouissage.

L'allure de ces courbes est caractéristique du comportement des aciers austénitiques polycristallins de type Fe-Ni-Cr. Ce type de comportement est reporté par de nombreux auteurs et relié à la formation de martensites  $\varepsilon/\alpha'$ , lors de la déformation plastique de l'austénite [Lec72], [Suz77], [Bar99], [Nag04]. Afin de discuter le rôle de la transformation martensitique sur le comportement mécanique de l'acier, nous allons caractériser les

cinétiques de transformation de phase lors des deux essais de traction ainsi que les évolutions de microstructures et de textures.



Figure 3.1 - Courbe de traction à température ambiante et à -60°C.

Température de l'essai	Rp <sub>0.2</sub>	R <sub>m</sub>	A% (déf. Vraie)
- 60°C	300	1371	25%
Ambiante	260	1411	58%

Tableau 3.2 - Caractéristique mécanique de l'acier AISI 304.



Figure 3.2 - Evolution du taux de consolidation en fonction de la contrainte vraie.
a) pour la température de -60°C.
b) pour la température Ambiante.

Le comportement mécanique de ce même matériau, a également été caractérisé dans le cadre de la thèse de R. Kubler [Kub04], pour des températures comprises entre l'ambiante et  $-60^{\circ}$ C. Les courbes sont rappelées figure 3.3. Il faut toutefois préciser que les conditions de déformation sont sensiblement différentes : la vitesse de déformation était de  $\dot{\varepsilon} = 4.10^{-3} s^{-1}$  et

les essais à basse température ont été réalisés à l'aide d'un dispositif de refroidissement différent. Cela explique les petits écarts observés sur les courbes entre les deux études.



Figure 3.3 - Courbes de traction de Kubler et al.

## 3.2. Cinétique de transformation de phase

Les phases en présence dans chaque échantillon ont été identifiées et quantifiées à partir de diffractogrammes intégrés, obtenus suivant la procédure détaillée §2.5.1. du chapitre 2. Les figures 3.4 et 3.5 présentent les différents diffractogrammes obtenus pour les 3 échantillons déformés aux différents taux de déformation, respectivement à -60°C et à température ambiante. On peut comparer ces diffractogrammes expérimentaux avec le diffractogramme théorique de la figure 2.11 (chap. 2). Ce dernier a été établi avec le logiciel Carine pour la

longueur d'onde de l'anode de chrome ( $\lambda$ =2,294 Å), prenant en compte la présence de martensites  $\epsilon/\alpha'$ .

Chapitre 3 – Résultats expérimentaux – *influence de la température sur le comportement en traction de l'acier AISI 304 : évolutions des microstructures et des textures* 



Figure 3.4 - Evolution des diffractogrammes à la température de -60°C



Figure 3.5 - Evolution des diffractogrammes à la température ambiante.

Identifions tout d'abord les phases présentes dans notre matériau :

- A la température de -60°C, nous remarquons la présence de raies de diffraction aux positions angulaires 2θ des plans austénitiques {111}<sub>γ</sub> et des plans martensitiques α' {110}<sub>α'</sub>. Nous constatons également la présence de deux raies de diffraction aux positions angulaires 2θ=62.7° et 2θ=72.2° qui correspondent sur le diffractogramme théorique aux raies de diffraction des plans {10.0}<sub>ε</sub> et {10.1}<sub>ε</sub>. A cette température, trois phases sont donc présentes après 10% de déformation : la phase austénitique et les phases martensitiques α' et ε.
- A la température ambiante, jusqu'à 30% de déformation, nous n'avons pas relevé de raies de diffraction pour la phase martensitique  $\varepsilon$ , seules les phases  $\alpha'$  et  $\gamma$  sont présentes. A 80% de déformation, deux raies de la martensitique  $\varepsilon$  de faibles intensités sont identifiables.

Du fait de la présence de plusieurs phases, certains pics de diffraction se superposent sur les diffractogrammes. Il n'est pas possible, par exemple, de discerner expérimentalement la raie de diffraction  $(111)_{\gamma}$  de l'austénite et la raie de diffraction  $(00.2)_{\varepsilon}$  de la phase martensitique  $\varepsilon$ . De plus, ces deux pics sont proches du pic  $(110)_{\alpha}$ , de la phase martensitique  $\alpha$ '. Cela complique l'exploitation des données pour quantifier les phases en présence.

Lorsque la proportion de martensite  $\varepsilon$  est supposée faible, les phases en présence ont été quantifiées en ajustant des fonctions de Pearson VII sur les raies de diffraction les plus intenses du diffractogramme, à savoir :

- pour la phase martensitique  $\alpha$ ', le pic  $\{110\}_{\alpha}$ ,
- pour la phase austénitique  $\gamma$ , le pic  $\{111\}_{\gamma}$ ,
- pour la phase martensitique  $\varepsilon$ , le pic {10.1}  $\varepsilon$ .

Cependant lorsque la proportion de martensite  $\varepsilon$  est importante, comme par exemple à 10% de déformation pour la température de -60°C, des raies de diffraction sont ajoutées à l'analyse comme les pics  $\{200\}_{\gamma}$  et  $\{10.0\}_{\varepsilon}$ . La figure 3.6 illustre l'ajustement des fonctions pour chaque raie de diffraction.



Figure 3.6 : Exemple de quantification des phases par ajustement de fonctions de Pearson VII.

La proportion des phases  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' à chaque taux de déformation est reportée dans les tableaux 3.3 et 3.4, pour les deux températures de déformation.

A 10% de déformation à -60°C, la martensite  $\varepsilon$  est présente dans les mêmes proportions que la martensite  $\alpha'$  (on a effectivement 18% de martensite  $\varepsilon$  et 20.5% de martensite  $\alpha'$ ). Cependant après 20% de déformation, la proportion de martensite  $\varepsilon$  diminue tandis que la fraction volumique de martensite  $\alpha'$  augmente. A rupture, la fraction volumique de martensite  $\varepsilon$  est inférieure à 3% tandis que la martensite  $\alpha'$  correspond à 90% du matériau. Cela suggère une transformation importante de la martensite  $\varepsilon$  en martensite  $\alpha'$  après 10% de déformation. Pour la température de 20°C, les phases martensitiques sont difficilement décelables à 15% de déformation. Une légère dissymétrie dans le pic austénitique indique la présence de martensite  $\alpha'$ . Par la méthode de lissage exposée dans le chapitre 2, cette dissymétrie est reproduite par la somme de deux fonctions placées aux positions angulaires des plans {110}<sub> $\alpha'$ </sub> et {111}<sub> $\gamma$ </sub>. Cette méthode donne approximativement 1% de martensite  $\alpha'$  à 15% de déformation, mais cette valeur reste tout de même en dessous de la précision de la méthode. Pour la déformation de 30%, le pic de martensite  $\alpha'$  {110}<sub> $\alpha'</sub> est visible. Le traitement du diffractogramme conduit à 9% de martensite <math>\alpha'$ . Aucun pic de martensite  $\varepsilon$  ne se détachant du fond continu, la proportion d'austénite est alors de 91%. A rupture, nous constatons la présence des raies de</sub>

Chapitre 3 – Résultats expérimentaux – *influence de la température sur le comportement en traction de l'acier AISI 304 : évolutions des microstructures et des textures* 

martensite epsilon  $\{10.0\}_{\varepsilon}$  et  $\{10.1\}_{\varepsilon}$  de faibles intensités. L'analyse a révélé 41% de martensite  $\alpha$ ', 56% d'austénite résiduelle et 3% de martensite  $\varepsilon$ .

DUASE		Déformation nominale			
FIASE		10%	20%	30%	
Martensite	α'	20.5%	68%	90%	
	3	18%	10%	3%	
Austénite		61.5%	22%	7%	

PHASE		Déformation nominale			
		15%	30%	80%	
Martensite	α'	1%	9%	41%	
	3	0%	0%	3%	
Austénite		99%	91%	56%	

#### Tableau 3.3 : Proportion de phase à -60°C.

#### Tableau 3.4 : Proportion de phase à température ambiante.

Comme attendu, la proportion des phases en présence dépend significativement de la température de l'essai ; la transformation martensitique étant favorisée lorsque la température d'essai se rapproche du point Ms. Nous avons surtout mis en évidence la présence de martensitique  $\varepsilon$ , au côté de la martensite  $\alpha$ '. L'influence de la martensite  $\varepsilon$  sur le mécanisme de transformation martensitique  $\gamma \rightarrow \alpha$ ' a largement été discutée dans la littérature [Das62], [Ven62], [Suz77], [Bar99]. On considère le plus fréquemment que l'austénite se transforme en martensite  $\alpha$ ', via la martensite  $\varepsilon$  ou que la martensite  $\varepsilon$  constitue des sites privilégiés pour la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ '. Ces aspects, relatifs aux mécanismes de transformation martensitique, seront discutés plus en détail dans la dernière partie du chapitre et dans le chapitre IV.

Après avoir caractérisé le comportement en traction et la cinétique de transformation, nous allons étudier les modifications de microstructures et de textures. Pour mener ce travail, nous caractérisons d'une part les évolutions de textures macroscopiques  $\gamma/\alpha'$  par diffraction des rayons X et d'autre part les évolutions de microtextures  $\gamma/\epsilon/\alpha'$  par l'analyse de cartographies E.B.S.D.

## 3.3. Evolution de la texture austénitique et martensitique

Les textures globales  $\gamma$  et  $\alpha$ ' ont été mesurées par diffraction des rayons X sur un goniomètre utilisant le rayonnement K $\alpha$  de l'anode de Chrome (voir chapitre 2). La texture de la martensite epsilon n'a pas été déterminée car cette phase est présente dans des proportions trop faibles dans la plupart des échantillons et les pics de diffraction les plus intenses se recouvrent avec ceux des phases  $\gamma/\alpha$ '. Les textures  $\gamma$  et  $\alpha$ ' ont été déterminées par l'acquisition des figures de pôles {111}/{200}/{220} pour la phase  $\gamma$  et {110}/{200}/{211} pour la phase  $\alpha$ '. Un gradient de texture peut exister dans la tôle initiale d'épaisseur 2mm. Par conséquent, <sup>1</sup>/<sub>4</sub> de l'épaisseur des échantillons a été retirée par polissage électrolytique et les mesures ont toujours été effectuées à <sup>3</sup>/<sub>4</sub> de l'épaisseur. A cette position, la texture de l'état

initial, mesurée par diffraction de rayon X, correspond à une texture moyenne entre la texture de surface et la texture à cœur.

La fonction de texture ou Fonction de Distribution des Orientations (F.D.O.) a ensuite été déterminée à partir des figures de pôles acquises par diffraction de rayon X. Toutes les figures expérimentales présentaient une symétrie orthorhombique. Par conséquent, cette symétrie d'échantillon a été imposée lors du calcul de la F.D.O. Dans ce travail, les textures sont représentées à l'aide des figures de pôles caractéristiques  $\{100\}/\{110\}/\{111\}\)$  et/ou par la section de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45°.

La figure 3.7 représente la texture initiale  $\gamma$ . Cette texture n'est pas très prononcée ; l'indice de texture est de 1.7 et les intensités des figures de pôles (FDP) sont relativement faibles. La section à  $\varphi_2$ =45° de la F.D.O. montre que les densités d'orientations les plus élevées sont concentrées autour des orientations : Laiton tourné {110}<111> et Cube {100}<100>, avec une dispersion relativement importante autour de ces composantes individuelles. Des densités d'orientations plus faibles, situées autour de la composante Goss {110}<100> et de la composante Cuivre {112}<111> sont aussi présentes. Le tableau 3.5 indique les différentes orientations principales de l'acier étudié avec la proportion de chaque composante. Nous constatons que seul 46% du matériau est concentré autour de ces composantes strictes.



Indice de texture : 1.7

Figure 3.7 – Figures de pôles et section de la F.D.O. à  $\phi_2$ =45° relatives à la texture austénitique initiale.

Composantes de texture							
		Notation					
Nom français	Nom anglais	{hkl} <uvw></uvw>	Angles d'Euler	Proportion*			
Cuivre	Copper	{112}<111>	90; 35.26; 45	8%			
Goss	Goss	{011}<100>	90; 90; 45	6%			
Cube	Cube	{001}<100>	45; 0; 45	10%			
Laiton tourné	Brass rotated	{110}<111>	35.26; 90; 45	22%			

\* proportion calculée avec 15° de dispersion autour des orientations strictes et en prenant en compte la symétrie orthorhombique.

 Tableau 3.5 - Composantes majoritaires du matériau et leur proportion.

## 3.3.1. Evolution de texture à la température de -60°C

#### Texture austénitique :

Les figures 3.8 et 3.9 montrent respectivement, les textures austénitiques après 10% et 20% de déformation. Sur les sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45°, on peut remarquer que les quatre composantes de texture, identifiées dans l'acier à l'état initial, sont toujours présentes après 10% et 20% de déformation. Par conséquent, aucune famille de grains  $\gamma$  appartenant à l'une de ces composantes de texture n'est totalement transformée en martensite.

Après 10% de déformation, la texture austénitique se renforce par une augmentation des densités d'orientations autour des composantes principales, en particulier de la composante Cube et Laiton tourné. Cependant, il faut rester vigilant quant à une analyse quantitative de ces évolutions de texture. En effet, à 10% de déformation, la présence de 20% de martensite epsilon rend la détermination quantitative des figures de pôles  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{220\}_{\gamma}$  difficile car les pics de diffraction des plans  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{220\}_{\gamma}$  sont superposés respectivement avec les pics  $\{00.2\}_{\varepsilon}$  et  $\{21.0\}_{\varepsilon}$ .

Après 20% de déformation, les densités d'orientations autour des composantes principales  $\gamma$  sont significativement réduites. Dans ce cas, la fraction volumique de phase austénitique est faible, le matériau étant majoritairement transformé en martensite  $\alpha$ '. Par conséquent les densités d'orientations mesurées sont également entachées d'erreurs et ne peuvent pas être discutées de façon quantitative.

Même si elle ne présente pas un caractère quantitatif, l'évolution de la texture austénitique permet de montrer qu'il reste de l'austénite résiduelle dans l'ensemble des grains  $\gamma$  jusqu'à 20% de déformation. Aucune composante de texture principale ne disparaît lors des premiers stades de la déformation (phénomène qui traduirait une cinétique de transformation martensitique significativement différente en fonction de l'orientation des grains). Ces analyses de texture peuvent être comparées à celles proposées dans [Kub04] sur le même matériau et dans des conditions de déformation comparables. Dans les deux études, nous observons les mêmes composantes de texture. Cependant, une diminution de la composante Cube avait été observée et modélisée dès les premiers stades de la déformation dans [Kub04], ce qui est en contradiction avec nos résultats expérimentaux. Il faut préciser que ces analyses de texture avaient été réalisées à partir de figures de pôles incomplètes, ce qui peut amener des erreurs dans l'étude des composantes effectivement présentes. De plus, nos résultats seront confirmés par l'analyse des textures locales par E.B.S.D. (voir partie suivante).



#### Indice de texture : 2.5

Figure 3.8 - Figures de pôles et section de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives à la texture austénitique à 10% de déformation à -60°C.



Indice de texture : 1.08

Figure 3.9 - Figures de pôles et section de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relative à la texture austénitique à 20% de déformation à -60°C.

#### **Texture martensitique :**

L'évolution de la texture martensitique lors de la déformation est présentée figures 3.10, 3.11 et 3.12. Après 10% de déformation, la phase martensitique est peu texturée, son indice de texture est de 1.06. Avec l'avancement de la transformation martensitique (et donc du taux de déformation), on remarque un renforcement des densités d'orientations autour de composantes majoritaires après 10% de déformation (tableau 3.6). Cela suggère qu'au-delà de 10-20% de déformation, on ne crée plus de nouvelles orientations martensitiques. La texture pourrait se renforcer par grossissement des variantes déjà présentes et/ou du fait de l'activité plastique de la phase martensitique. Cet aspect sera rediscuté plus en détail lors de l'étude des microstructures et des textures locales.

Dans le cas d'une transformation martensitique, il existe des relations d'orientations spécifiques entre les phases mères et filles. Dans le cas des aciers, de nombreux auteurs font référence à une transformation respectant les relations d'orientations de KS ou de NW qui impliquent la coïncidence des plans  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{110\}_{\alpha'}$ . Si l'on analyse les figures de pôles  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{110\}_{\alpha'}$ , on peut voir qu'elles sont très proches, cela montre que statistiquement une relation d'orientation de type KS ou NW est respectée. En outre, il a été montré par Nishiyama [Nis78] que la transformation dans l'acier 304 respectait préférentiellement la relation de KS. L'étude par E.B.S.D. proposée dans la prochaine partie nous a effectivement permis de vérifier que les phases  $\gamma/\alpha'$  étaient liées par la relation de KS.

Les modifications de texture lors de la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$ , en présence de martensite  $\varepsilon$ , seront étudiées en détail dans le chapitre 4. On s'appuiera en particulier sur l'analyse des modifications de textures en corrélation avec la microstructure (voir § suivant) pour identifier les mécanismes de sélection de variantes actifs lors de la transformation martensitique. Dans une seconde étape, ces résultats seront implantés dans un modèle de transformation de texture afin de simuler les modifications de textures observées.



Indice de texture : 1.06

Figure 3.10 - Figures de pôles et section de la F.D.O. à  $\phi_2$ =45° relatives à la texture martensitique à 10% de déformation à -60°C.



Indice de texture 2.44

Figure 3.11 - Figures de pôles et section de la F.D.O. à φ<sub>2</sub>=45° relatives à la texture martensitique à 20% de déformation à -60°C.



Indice de texture : 2.62

Figure 3.12 - Figures de pôles et section de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives à la texture martensitique à rupture à -60°C.

Composantes de texture					
Notation	A seale a all E alam				
{hkl} <uvw></uvw>	Angles d'Eulei				
{0,0,1}<-1,-2,0>	72;0;45				
{0,0,1}<1,-2,0>	20;5;45				
{7,7,11}<1,-1,0>	0;42;45				
{3,3,2}<-2,-8,15>	75;65;45				
{1,1,1}<1,-11,10>	55;45;45				

Tableau 3.6 - Composantes de textures martensitiques majoritaires à la température de -60°C.

## 3.3.2. Evolution de texture à la température ambiante (≈20°C)

#### **Texture austénitique :**

Les textures de la phase austénitique sont présentées sur les figures 3.13 et 3.14 pour les déformations de 30% et 80%. Comme il n'y a pas ou très peu de martensite  $\varepsilon$  se formant à température ambiante, ces textures austénitiques sont déterminées avec une précision meilleure qu'après la déformation à -60°C.

Les quatre composantes de la texture initiale sont présentes jusqu'à rupture (voir les sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45°). Nous observons à nouveau une augmentation significative des densités d'orientations autour des composantes principales de l'acier. L'indice de texture qui était de 1.7 à l'état initial, est passé à 8.21 après 30% de déformation. Dans le même temps, le maximum de la F.D.O. passe de 3.2 à 14.7. Ceci peut être le reflet d'une déformation plastique importante des grains austénitiques par glissement cristallographique. On peut rappeler qu'une augmentation de l'acuité de la texture  $\gamma$  au cours de la déformation, a également été observée à la température de  $-60^{\circ}$ C (en particulier jusqu'à 10% de déformation).



Indice de texture : 8.21





Indice de texture : 7.81

Figure 3.14 - Figures de pôles et section de la F.D.O. à  $\phi_2$ =45° relatives à la texture austénitique à rupture (80%) à température ambiante.

#### **Texture martensitique :**

La texture martensitique aux déformations de 15% et 30% n'est pas mesurable en raison de la faible fraction volumique de phase  $\alpha$ ' et du recouvrement des pics  $\{111\}_{\gamma}$  et  $\{110\}_{\alpha'}$ . Seule une évaluation de la texture martensitique à rupture peut être donnée, car 41% de phase martensitique est présente dans le matériau.

Nous constatons sur la figure 3.15 que la texture martensitique présente les mêmes composantes principales que celles décrites suite à la déformation à  $-60^{\circ}$ C. L'acuité de texture  $\alpha$ ' à rupture, est cependant plus élevée qu'après déformation à  $-60^{\circ}$ C (pour un taux de transformation plus faible mais un taux de déformation plus important).

La formation d'une texture  $\alpha$ ' après la déformation à température ambiante est probablement la conséquence d'une augmentation importante de l'acuité de la texture  $\gamma$  suivie d'une sélection de variantes plus importante qu'après déformation à -60°C. Une fois de plus, l'étude des microstructures et des textures locales déterminées par E.B.S.D. apportera des informations additionnelles pour mieux comprendre les évolutions de textures observées.



Indice de texture : 5.52

Figure 3.15 : Figures de pôles et section de la F.D.O. à  $\phi_2$ =45° relatives à la texture martensitique température ambiante rupture 80%.

Composantes de texture					
Notation					
{hkl} <uvw></uvw>	Angles d'Euler				
{0,0,1}<1,-2,0>	20;5;45				
{0,0,1}<-1,-2,0>	72;0;45				
{8,8,15}<0,-15,8>	50;37;45				
{13,13,7}<0,-7,13>	70;70;45				

Tableau 3.7 – Composantes de textures martensitiques majoritaires à la température ambiante.

# 3.4. Analyse des microstructures et des textures locales par E.B.S.D.

## 3.4.1. Déformation à la température de -60°C

Les mesures par E.B.S.D. ont été menées sur les échantillons déformés à 10% et à 20%. Ils ont été choisis car ils présentent tous deux un état déformé particulier. Sur la courbe de traction, la déformation de 10% se situe à la fin du domaine de déformation facile (figure 3.2a), tandis que la déformation de 20% se situe dans le domaine correspondant à une augmentation significative du taux d'écrouissage du matériau.

Différentes cartographies E.B.S.D. ont été acquises sur chaque échantillon, afin de couvrir un grand nombre de grains  $\gamma$  (environ 1200 grains  $\gamma$  par échantillon, sans compter les macles thermiques). L'analyse des résultats nous permet de discuter d'une part, l'évolution de la microtexture  $\gamma$  et d'autre part, la formation des martensites  $\varepsilon/\alpha'$  dans différents grains austénitiques, au cours de la déformation.

### 3.4.1.1. Analyse de la phase y résiduelle lors de la déformation

La figure 3.16 donne un exemple d'analyse E.B.S.D. obtenue sur *l'échantillon déformé de 10%* (contenant 18% de martensite  $\varepsilon$  et 20.5% de martensite  $\alpha$ '). Les données sont représentées sous la forme d'une cartographie de l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi (3.16a) et d'une cartographie d'orientations associée de la phase austénitique (3.16b) (un autre exemple de cartographie réalisée sur le même échantillon est donné en annexe 3.1 : figure A3.1).

Sur la figure 3.16a, le niveau de gris de chaque pixel est relié à l'indice de qualité du diagramme de Kikuchi – IQ (les niveaux de gris 'blanc' correspondent aux indices de qualité les plus élevés alors que les niveaux de gris 'noir' correspondent aux indices de qualité les plus faibles). Cet indice est très sensible aux caractéristiques microstructurales de l'échantillon (voir chap.2 §2.6.3) et par conséquent la cartographie de l'indice de qualité est particulièrement efficace pour révéler la microstructure. Sur la figure 3.16a, on voit en particulier les joints des grains austénitiques et les mâcles thermiques présentes avant déformation et surtout la structure martensitique présente dans les grains austénitiques.

Sur la figure 3.16b, les couleurs de chaque pixel représentent l'orientation de la direction macroscopique DL (Direction de Laminage = direction de traction) dans le repère du cristal, suivant le code de couleur du triangle standard. En particulier, en rouge, nous avons les grains

ayant une direction <001> parallèle à la direction de laminage, ce qui inclut les grains  $\gamma$  appartenant à la composante Cube et Goss. En bleu, nous avons les grains ayant une direction <111> parallèle à la direction de laminage, ce qui inclut les grains appartenant aux composantes Laiton tourné et Cuivre. Les pixels non colorés correspondent soient à des zones non indexées ou soient à des zones indexées en martensites  $\varepsilon/\alpha'$  (la formation de la martensite sera discutée dans le paragraphe suivant). L'analyse de la carte montre qu'il n'y a pas de trace de mâcles mécaniques, dans les grains austénitiques, même au voisinage de la structure martensitique.

On se souvient que l'analyse de phase par diffraction de rayons X a montré que cet échantillon présentait une fraction de martensite  $\varepsilon + \alpha'$  proche de 40%. L'étude de l'ensemble des cartographies E.B.S.D. montre que ce taux de transformation varie légèrement en fonction de l'orientation des grains  $\gamma$ . En effet, les grains 'rouge' de la composante Cube et Goss sont souvent moins transformés que les grains 'bleu' de la composante Laiton tourné et Cuivre. Cela est visible sur la figure 3.16b tout comme sur l'exemple donné figure A3.1 en annexe 3.1. Par ailleurs, il semble également que la taille de grains  $\gamma$  ait une influence sur le taux de transformation puisque les petits grains présentent une fraction de martensite souvent inférieure à celle des grains  $\gamma$  les plus gros.



Figure 3.16 – Cartographie E.B.S.D. de l'échantillon déformé à 10% à T=-60°C.
a) cartographie de l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi.
b) cartographie d'orientations de la phase austénitique.

L'ensemble des mesures d'orientations réalisées sur cet échantillon a permis de calculer la texture macroscopique de la phase  $\gamma$ , présentée figure 3.17. Elle peut être comparée à celle obtenue par diffraction des rayons X (figure 3.8). On peut noter que l'analyse de texture par E.B.S.D. confirme le renforcement des densités d'orientations autour des composantes principales après 10% de déformation (déjà observé qualitativement figure 3.8).



Figure 3.17 - Figures de pôle et section de la F.D.O. à  $\varphi_2=45^\circ$  relatives à la texture austénitique de l'échantillon T-60\_10% calculée à partir des données E.B.S.D..

Les données E.B.S.D. ont également été exploitées pour quantifier les fortes désorientations se développant dans les grains austénitiques. Pour cela, nous avons calculé pour l'ensemble des grains austénitiques des différentes cartes E.B.S.D., l'orientation moyenne du grain puis la désorientation angulaire  $\theta$  entre tous les pixels appartenant à ce grain et son orientation moyenne. Dans certains grains, la valeur de  $\theta$  peut atteindre 15° (en particulier au voisinage des joints de grains). Par contre, entre pixels proches voisins, les désorientations sont très faibles (souvent inférieures à 2°). La figure 3.18 présente la section à  $\varphi_2$ =45° de la F.D.O. de deux populations de grains  $\gamma$ : ceux ayant les désorientations  $\theta$  les plus importantes (3.18a) et ceux ayant les désorientations  $\theta$  les plus faibles (3.18b). Les grains austénitiques ayant les plus grandes valeurs de  $\theta$  appartiennent majoritairement aux composantes Laiton tourné et Cuivre.

Ces désorientations se forment dans les grains par accumulation de dislocations. Il est intéressant de noter que les grains peu transformés, présentent les plus fortes désorientations. Ces dernières se localisent essentiellement aux niveaux des joints de grains  $\gamma/\gamma$  et résultent donc majoritairement d'une activité plastique importante liée au glissement cristallographique des dislocations.

Chapitre 3 – Résultats expérimentaux – *influence de la température sur le comportement en traction de l'acier AISI 304 : évolutions des microstructures et des textures* 



Figure 3.18 - Section à  $\varphi_2$ =45° de la F.D.O. de deux populations de grains  $\gamma$  :

- a) grains  $\gamma$  présentant les désorientations  $\theta$  les plus importantes.
- b) grains  $\gamma$  présentant les désorientations  $\theta$  les plus faibles.

Avec l'avancement de la déformation en traction, la fraction d'austénite résiduelle diminue. Après 20% de déformation, il ne reste plus que 20% d'austénite résiduelle. Un exemple de cartographie d'orientations obtenue sur un échantillon déformé de 20% est donné figure 3.19. Les pixels colorés correspondent à la phase austénitique (le code de couleur indique l'orientation de DL dans le repère du cristal, suivant le code de couleurs du triangle standard). Les autres pixels correspondent soient à des zones non indexées soient à des zones indexées en martensites  $\varepsilon/\alpha'$ . Le niveau de gris des pixels est lié à la qualité du diagramme de Kikuchi, afin de révéler la microstructure. A ce stade de la déformation, les phases martensitiques (en gris) sont présentes dans l'ensemble des grains  $\gamma$ . En particulier, les grains  $\gamma$  d'orientations Cube et Goss (dont l'austénite résiduelle est colorée en rouge), peu transformés après 10% de déformation, présentent maintenant une fraction importante de martensite, même si des amas d'austénite résiduelle restent toujours présents dans ces grains (un 2<sup>ème</sup> exemple de cartographie après 20% de déformation est donné en annexe 3.1, figure A3.2).



Figure 3.19 : Cartographie d'orientations E.B.S.D. de l'austénite pour l'échantillon déformé à 20% à T=-60°C.

#### 3.4.1.2. Analyse des phases martensitiques

*Après 10% de déformation*, il apparaît dans les grains austénitiques des paquets de bandes parallèles (voir figure 3.16a). Ces bandes traversent souvent tout le grain austénitique et s'arrêtent aux joints. Un à deux groupes de bandes parallèles, rarement trois, ont été observés dans les grains austénitiques. Le plan  $\gamma$  parallèle à ces bandes a été évalué avec une analyse de traces [Say02]. Ce type d'analyse ne définit pas un plan unique, cependant elle a clairement mis en évidence que les différentes traces observées dans un même grain austénitique sont cohérentes avec un plan du type  $\{111\}_{\gamma}$ . Par ailleurs, nous avons vérifié sur plusieurs grains  $\gamma$  d'orientations différentes, que les plans  $\{111\}_{\gamma}$  activés, correspondent toujours aux plans ayant les facteurs de Schmidt les plus élevés (que l'on considère un glissement de type  $\{111\}<110>$  ou  $\{111\}<112>$ ). La formation de ces bandes a souvent été discutée dans la littérature[Nis78], [Lag64]. Elle est souvent attribuée à l'accumulation de fautes d'empilement sur les plans  $\{111\}_{\gamma}$ . Ces bandes appelées dans la littérature « shear bands » que nous traduisons ici « bandes de glissement » sont souvent citées comme des sites de germination favorables pour les martensites  $\varepsilon$  et  $\alpha$ '.

La cartographie figure 3.20 permet de localiser la martensite  $\varepsilon$  (en vert) et  $\alpha$ ' (en bleu) à partir des données E.B.S.D. déjà exploitées pour l'analyse de la phase austénitique (figure 3.16). On note que la martensite ne se localise pas uniquement aux intersections des bandes de glissement comme souvent reporté dans la littérature [Lec72] [Spe04], mais surtout le long de ces bandes. Des observations semblables ont été effectuées dans le cas d'aciers à faible EFE (acier Fe-Ni, Fe-C-Cr et Fe-Ni-C [Kel65]) et plus récemment sur un acier Fe-Mn [Pét05]. Les figures A3.3, A3.4 et A3.5 de l'annexe 3.2 présentent un agrandissement sur différents grains  $\gamma$  de la carte présentée figure 3.20 et précisent les différentes orientations des variantes  $\varepsilon/\alpha$ ' (sous la forme de projections stéréographiques). Une analyse détaillée de ces données E.B.S.D. a montré que dans un paquet de bandes parallèles, les domaines de martensite  $\varepsilon$  ont toujours la même orientation, tandis que les domaines de martensite  $\alpha$ ' peuvent montrer jusqu'à 6 orientations différentes dans une même bande. Parmi les 6, 2 orientations  $\alpha$ ' sont souvent majoritaires.



Figure 3. 20 - Localisation de la martensite  $\varepsilon/\alpha$ ' après 10% de déformation à -60°C. Couleur verte : Martensite  $\varepsilon$ . Couleur bleue : Martensite  $\alpha$ '.

Les désorientations entre domaines  $\alpha'/\alpha'$  observées le long d'une même bande de glissement sont de 4 types. Elles sont listées dans le tableau 3.8 et correspondent aux désorientations théoriques entre variantes  $\alpha'/\alpha'$  héritées de la phase austénitique suivant les relations de KS. Ces désorientations sont visualisées sur la figure 3.20, suivant le code de couleurs donné dans le tableau 3.8. Le tableau indique également leur fréquence d'apparition sur la cartographie E.B.S.D. et les compare aux fréquences théoriques. Il apparaît très clairement que les différentes variantes  $\alpha'$  ne se distribuent pas de façon aléatoire le long des bandes de glissement mais favorisent les désorientations de type  $60^{\circ} <111>_{\alpha'}$ , ou plus rarement 49.5°  $<101>_{\alpha'}$ . On peut également noter qu'à l'intersection de deux bandes de glissement, les variantes  $\alpha'/\alpha'$  qui ont germé respectivement sur l'une et l'autre des bandes, sont souvent désorientées de  $10.5^{\circ}<111>_{\alpha'}$ . Cela correspond aux désorientations les plus faibles entre variantes  $\alpha'$  se développant à partir de deux plans  $\{111\}_{\gamma}$  différents (toujours avec respect des relations de KS entre les phases  $\gamma/\alpha'$ ).

Désorientation α'/α'	Fréquence Théorique*	Couleur	Fréquence expérimentale
60° <111>	20%	Rouge	84%
60°<011>	40%	Jaune	2%
10.53° <011>	20%	Noir	0.4%
49.47° <110>	20%	Blanc	14%

\* hypothèse de calcul : distribution spatiale aléatoire des variantes  $\alpha$ ' à partir de l'ensemble des variantes potentielles

## Tableau 3.8 : Désorientations entre variantes α'/α' le long d'une même bande de glissement.

Les différentes mesures d'orientations  $\gamma/\epsilon/\alpha'$  dans les grains austénitiques ont également été analysées pour déduire directement les relations d'orientations entre phases. L'analyse des orientations  $\epsilon$  dans différents grains  $\gamma$  montre que les deux phases sont reliées par les relations d'orientations suivantes, couramment publiées dans la littérature [Nis78] :

$$\begin{array}{l} \{111\}_{\gamma} // \{00.2\}_{\epsilon} \\ <1-10>_{\gamma} // <1-2.0>_{\epsilon} \end{array}$$
 3.1

Une analyse similaire, réalisée pour les phases  $\gamma/\alpha'$  a permis de confirmer la relation de Kurdjomov-Sachs (KS) entre les deux phases.

$$\begin{array}{l} \{111\}_{\gamma} // \{011\}_{\alpha}, \\ <1-10>_{\gamma} // <1-11>_{\alpha}, \end{array}$$

Le tableau 3.9 liste les variantes  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ', déduites d'une orientation  $\gamma$ , en respectant les relations d'orientations (3.1) et (3.2). On donne également les projections stéréographiques des pôles  $\{100\}_{\alpha'}$  et  $\{110\}_{\alpha'}$  des 24 variantes  $\alpha'$ , dans le repère de l'austénite  $[100]_{\gamma}$ ,  $[010]_{\gamma}$ ,  $[001]_{\gamma}$ . Ce tableau illustre qu'effectivement le long d'une bande de glissement  $\{111\}_{\gamma}$  ne peuvent germer qu'une variante  $\varepsilon$  et 6 variantes  $\alpha'$ . Ces 6 variantes sont par ailleurs, en relation de macle 60°<111> 2 à 2. Cela correspond exactement à nos observations (figure 3.20 et annexe 3.2).

{111} <sub>γ</sub>	/<110>γ	systems	۶ variants	α' variants
1		$[1\overline{1}0]$		I.1
2		[101]		I.2
3		$[01\overline{1}]$	T	I.3
4	(111)	-[110]		I.4
5		-[101]		I.5
6		-[011]		I.6
7		[110]		II.1
8		$[\overline{1}0\overline{1}]$		II.2
9		$[0\overline{1}1]$	Π	II.3
10	(111)	-[110]		II.4
11		$-[\overline{1}0\overline{1}]$		II.5
12		-[011]		II.6
13		[110]		III.1
14		[101]		III.2
15		$[0\overline{1}\overline{1}]$	ш	III.3
16	$(\overline{1}\overline{1}1)$	-[110]		III.4
17		-[101]		III.5
18		$-[0\overline{1}\overline{1}]$		III.6
19		$[\overline{1}\overline{1}0]$		IV.1
20	1	$[10\overline{1}]$		IV.2
21		[011]		IV.3
22	(111)	-[110]		IV.4
23	]	-[101]		IV.5
24	1	-[011]	]	IV.6





Tableau 3.9 – Variantes  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' exprimées en terme de systèmes  $\{111\}_{\gamma} < 110 >_{\gamma}$  de la phase austénitique et projection stéréographique des variantes de martensite  $\alpha$ ' dans les figures de pôles  $\{100\}_{\alpha}$ ' et  $\{110\}_{\alpha'}$ .

Analysons à présent la structure martensitique *après 20% de déformation à -60°C*, lorsque la martensite  $\alpha$ ' devient majoritaire (68% de martensite  $\alpha$ ' et 10% de martensite  $\varepsilon$ ) et que l'on observe une augmentation significative de l'écrouissage du matériau.

La figure 3.21 montre les orientations  $\alpha'$ , sur la cartographie acquise après 20% de déformation, déjà présentée figure 3.19 pour l'analyse de la phase austénitique. Sur cette nouvelle représentation, le code de couleurs indique l'orientation de DL dans le repère du cristal CC de la martensite  $\alpha'$ , suivant le code de couleurs du triangle standard. Dans la plupart des grains  $\gamma$ , on reconnaît toujours la formation de bandes de glissement sur lesquelles se localise la structure martensitique. Une à deux orientations  $\alpha'$  sont souvent majoritaires dans un grain  $\gamma$  et dans leur voisinage proche, on retrouve des variantes  $\alpha'$  minoritaires favorisant les désorientations de  $60^{\circ} < 111 >_{\alpha'}$  et de  $49.5^{\circ} < 110 >_{\alpha'}$  avec l'orientation  $\alpha'$  majoritaire. La différence majeure avec l'état déformé de 10%, correspond à la présence de grands domaines de martensite  $\alpha'$  d'orientations proches. La figure 3.22 propose un agrandissement sur un de ces domaines (cadre noir figure 3.21) et donne également les projections stéréographiques des orientations  $\alpha'$  correspondantes. L'ensemble des orientations d'un même domaine présente de fortes dispersions. Par contre, les désorientations angulaires de proches en proches sont relativement faibles.

Des analyses E.B.S.D. complémentaires ont été réalisées dans différents grains y, avec une résolution plus élevée. Elles ont pour objectif de mieux comprendre l'évolution de la microstructure associée à l'augmentation de la fraction volumique de martensite  $\alpha$ ' après 20% de déformation. Les cartographies correspondantes sont données figure 3.23 et figure A3.6 en annexe 3.2. La figure 3.23 présente en partie a, la localisation de la phase  $\gamma$  résiduelle (en blanc) et de la martensite  $\varepsilon$  (en couleur) pour un grain austénitique particulier (les orientations  $\gamma$  correspondantes sont données sous forme de projections stéréographiques). La partie b de la figure donne la même information concernant la martensite  $\alpha$ '. Dans ce grain, les orientations  $\gamma$  sont toujours fortement dispersées. On reconnaît jusqu'à 3 séries de bandes de glissement parallèles, sur lesquelles se localisent la martensite  $\varepsilon$  (voir également les lignes mettant en évidence les traces des plans {111} sur la figure 3.23a). Comme déjà mentionné lors de l'analyse de phase par diffraction des rayons X, la fraction volumique de martensite ε a significativement diminué entre 10% et 20% de déformation. Par conséquent, après 20% de déformation, l'essentiel de la martensite  $\varepsilon$  s'est transformée en martensite  $\alpha$ '. Les orientations de la martensite  $\alpha$ ' se regroupent autour de deux composantes de texture (colorées en bleu foncé/clair et en rouge) qui recouvrent chacune plusieurs variantes  $\alpha$ ' d'orientations proches. La martensite  $\alpha$ ' se localise le long des bandes de glissement sous forme de petits domaines. mais surtout entre les bandes de glissement sous forme d'amas d'orientations proches. Ces amas sont la conséquence du grossissement de variantes  $\alpha$ ' se localisant initialement dans les bandes de glissement. Il s'agit de variantes  $\alpha$ ' d'orientations proches issues de deux bandes parallèles, qui ont grossi, en dehors des bandes, avec l'avancement de la transformation de phase. Il en est de même pour des variantes issues de 2 bandes non parallèles, qui peuvent être faiblement désorientées (désorientation de 10.5° <111> comme déjà mentionné). Par ailleurs, au sein de ces amas, les orientations  $\alpha$ ' sont fortement dispersées. Il est très probable qu'une partie de cette dispersion soit la conséquence d'une déformation plastique de la martensite. L'ensemble de ces analyses microtexturales montre donc que l'augmentation de la fraction

volumique de phase  $\alpha$ ' après 20% de déformation est liée :

- à la transformation de la majorité de martensite  $\varepsilon$  localisée dans les bandes de glissement en martensite  $\alpha$ ',
- et au grossissement de la martensite  $\alpha'$  en dehors des bandes de glissement pour former de grands amas de phase  $\alpha'$  (qui se déforment probablement plastiquement).

L'évolution de microstructure de la martensite  $\alpha$ ' est en accord avec les évolutions de texture, évaluées par diffraction des rayons X. En effet, après 10% de déformation, la phase martensitique est peu texturée (figure 3.10). Sur les microstructures, on observe effectivement souvent les 6 orientations se développant le long d'un plan {111}<sub> $\gamma$ </sub>. Après 20% de déformation, on note sur les textures  $\alpha$ ', un renforcement significatif des densités d'orientations autour des composantes principales initiales (figure 3.11). Cela est compatible avec le grossissement de certains domaines martensitiques en dehors des bandes de glissement, comme observé sur les cartographies d'orientations.



Figure 3.21 - Cartographie d'orientation E.B.S.D. de la martensite de l'échantillon déformé à 20% à T=-60°C.



Figure 3.22 - Gros plan sur un domaine α' présentant des orientations proches (zone du cadre noir de la figure 3.21).



Figure 3.23 : Cartographie haute résolution sur un grain γ particulier :

- a) cartographie d'orientations de la martensite  $\epsilon$ .
- b) cartographie d'orientations de la martensite  $\alpha$ '.

## 3.4.2. Déformation à la température ambiante

A température ambiante, le comportement mécanique de l'acier 304 est très différent de celui observé à -60°C (voir courbe de traction figure 3.1). Les mesures en diffraction des rayons X ont uniquement révélé la présence de 9% de martensite  $\alpha$ ' après 30% de déformation et des traces de martensite  $\varepsilon$ . Cela correspond à un taux de transformation beaucoup plus faible qu'à -60°C. Par ailleurs, les analyses de texture de l'austénite ont montré une augmentation importante des densités d'orientations autour des composantes principales. Pour mieux comprendre les mécanismes de déformation à température ambiante, différentes cartographies E.B.S.D. ont été acquises après 15% et 30% de déformation.

## 3.4.2.1. Analyse de l'austénite résiduelle

Les résultats d'une analyse E.B.S.D. réalisée sur deux échantillons déformés de 15% et de 30% sont présentés respectivement figure 3.24 et 3.25, sous la forme de cartographies (deux autres cartographies avec une résolution plus importante sont présentées sur les figures A3.7 et A3.8 en annexe 3.3). Les figures 3.24a et 3.25a donnent la cartographie de l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi avec un agrandissement sur un grain spécifique afin d'y visualiser la distribution des faibles désorientations. Une cartographie des orientations austénitiques est représentée en partie b des figures. Le code de couleurs est donné par le triangle standard inverse //DL (la direction de laminage correspondant également à la direction de traction). Les pixels en noir correspondent soient à des zones non indexées, soient à des zones indexées en martensite  $\varepsilon/\alpha'$ . Les désorientations  $\gamma/\gamma$  de 60° autour de l'axe <111> sont mises en évidence par des lignes blanches. Elles correspondent à des désorientations de macle. Toutes autres désorientations  $\gamma/\gamma$  (>5°) sont tracées en noir et révèlent les joints de grains austénitiques.

Ces différentes cartes mettent en évidence deux familles de grains austénitiques qui se distinguent par les mécanismes de déformation actifs, ce dès 15% de déformation :

- On reconnaît des grains  $\gamma$  ne contenant pas de martensites  $\varepsilon/\alpha'$  et aucune macle de déformation. Les mesures d'orientations dans le grain peuvent être désorientées de plus de 20° (voir les projections stéréographiques des orientations pour les deux grains spécifiques). Cependant, les désorientations entre pixels de proche en proche forment un réseau de lignes de faibles désorientations, souvent inférieures à 3° (voir la cartographie des désorientations angulaires pour les deux grains spécifiques). Ces désorientations traduisent une activité plastique importante par glissement cristallographique. Les grains  $\gamma$  de cette famille ont souvent une orientation caractéristique avec leur direction <100>//DL (en rouge sur la carte). Ils appartiennent donc majoritairement à la composantes Goss et Cube.
- A l'inverse, on distingue dès 15% de déformation, des grains γ présentant des micromacles (que l'on peut visualiser par les lignes de désorientation de type 60°<111> en blanc). Ces grains austénitiques ont majoritairement leur direction <111>//DL (en bleu sur la carte) et appartiennent par conséquent aux composantes Laiton tourné et Cuivre. Au voisinage de ces micro-macles, se localise également de la martensite ε/α'.

On note donc que même si le taux de transformation global du matériau est relativement faible, la cinétique de transformation est significativement différente en fonction de l'orientation des grains  $\gamma$ . Certains grains peuvent présenter plus de 40% de phase martensitique après 30% de déformation. Cet écart de cinétique de transformation

martensitique en fonction de l'orientation des grains  $\gamma$ , avait déjà été observé à -60°C. En effet, la fraction volumique de martensite, dès les premiers stades de la déformation à -60°C, était souvent plus faible pour les grains d'orientations 'Cube/Goss' que pour les grains d'orientations Laiton tourné/Cuivre. Ce phénomène s'accentue avec l'augmentation de la température et par conséquent l'augmentation de l'énergie de faute d'empilement. Ainsi à température ambiante, on distingue :

- Les grains qui plastifient sans formation de macles et de martensite
- Les grains qui maclent et forment de la martensite  $\varepsilon/\alpha'$ .

Pour mieux comprendre l'influence de l'orientation sur le mécanisme de déformation actif, nous avons calculé pour les différentes orientations principales  $\gamma$ , les facteurs de Schmidt (FS) associés aux 24 systèmes de glissement {111}<1-2> et aux 24 systèmes de glissement {111}<1-2> et aux 24 systèmes de glissement {111}<1-2> et aux 24 systèmes de glissement tableaux 3.10 et 3.11. Les 12 systèmes de type {111}<1-2> menant à la formation de micro-macles correspondent aux 12 premiers systèmes de glissement {111}<1-2> du tableau 3.10. On rappelle que le cisaillement correspondant au maclage est de 70%.

- Les grains d'orientation 'Cube/Goss' ont les facteurs de Schmidt les plus élevés, que l'on considère le système {111}<1-10> (FS max=0.41 tableau 3.9) ou {111}<11-2> (FS max=0.47 tableau 3.8). Ils sont donc favorablement orientés pour le glissement de dislocations. Par contre, les FS pour les systèmes de glissement de type {111}<11-2> correspondant au maclage sont faibles (FS=0.24, tableau 3.8). Les cisaillements dans le sens du maclage ne sont donc pas les plus favorables.
- Concernant les grains d'orientation Laiton tourné /Cuivre, leur FS est globalement plus faible que pour les grains d'orientations 'Cube/Goss' que l'on considère le système {111}<1-10> (FS max=0.27 tableau 3.9) ou {111}<11-2> (FS max=0.31 tableau 3.8). Par contre, le glissement dans le sens du maclage correspond toujours à celui ayant le facteur de Schmidt le plus important. Ces grains présentent donc une orientation favorable au glissement dans le sens de la formation d'une macle de type {111}<11-2>.

Cette analyse à partir des facteurs de Schmidt des composantes  $\gamma$  principales, rejoint donc les observations expérimentales, à savoir :

Les grains d'orientations Cube/Goss activent préférentiellement du glissement de dislocations sur des systèmes incompatibles avec la formation de macles alors que les grains d'orientations Laiton tourné/Cuivre sont favorablement orientés pour le glissement dans le sens du maclage.

Chapitre 3 – Résultats expérimentaux – *influence de la température sur le comportement en traction de l'acier AISI 304 : évolutions des microstructures et des textures* 



Figure 3.24 – Cartographie E.B.S.D. de l'échantillon à 15% de déformation à température ambiante.

- a) cartographie de l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi.
- b) cartographie d'orientations de la phase austénitique.

Chapitre 3 – Résultats expérimentaux – *influence de la température sur le comportement en traction de l'acier AISI 304 : évolutions des microstructures et des textures* 



Figure 3.25 – Cartographie E.B.S.D. de l'échantillon à 30% de déformation à température ambiante.

- a) cartographie de l'indice de qualité des diagrammes de Kikuchi.
- b) cartographie d'orientations de la phase austénitique.

Chapitre 3 – Résultats expérimentaux – influence de la température sur le comportement en traction	de
l'acier AISI 304 : évolutions des microstructures et des textures	

				-			-
			Cube	Goss	{110}<1-11>	{112}<11-1>	
			0/0/0	0/45/0	35/90/45	90/35.26/45	
N°	plan	sens	FS	FS	FS	FS	)
1	1.1.1.	1. 12.	0.24	0.24		0.31	
2	1. 1. 1.	12. 1.	0.24	0.24	0.31		
3	1. 1. 1.	-2.1.1.					Court in a star
4	-1.1.1.	-1. 12.	0.24	0.24	0.32		Systemes de
5	-1.1.1.	-12.1.	0.24	0.24		0.31	giissement
6	-1. 1. 1.	2. 1. 1.					avec le
7	-11.1.	-112.	0.24	0.24			maclage et la
8	-11.1.	-1.2.1.	0.24	0.24			martensite s
9	-11.1.	21.1.			0.31		martensite e
10	11. 1.	112.	0.24	0.24			
11	11.1.	1.2.1.	0.24	0.24			
12	11.1.	-21.1.				0.31	] /
13	1. 1. 1.	-11.2.			0.16		
14	1. 1. 1.	-1.21.				0.16	
15	1.1.1.	211.	0.47	0.47	0.16	0.16	
16	-1.1.1.	11.2.				0.16	
17	-1.1.1.	1. 21.			0.16		
18	-1.1.1.	-211.	0.47	0.47	0.16	0.16	
19	-11.1.	1. 1. 2.			0.16		
20	-11.1.	121.			0.16		
21	-11.1.	-2. 11.	0.47	0.47			
22	11. 1.	-1. 1. 2.				0.16	
23	11. 1.	-121				0.16	1
24	11. 1.	2. 11.	0.47	0.47			

Note : comme on considère les 24 systèmes, on ne retient que les valeurs positives du facteur de Schmidt

Tableau 3.10 – Facteurs de Schmidt associés aux 24 systèmes de glissement {111}<11-2>.

			Cube	Goss	{110}<1-11>	{112}<11-1>
			0/0/0	0/45/0	35/90/45	90/35.26/45
N°	plan	sens	FS	FS	FS	FS
1	1. 1. 1.	11. 0.	0.41	0.41	0.27	0
2	1. 1. 1.	-1. 0. 1.			0	
3	1. 1. 1.	0. 11.	0	0		0.27
4	-1 -1 -1	11. 0.				0
5	-1 -1 -1	-1. 0. 1.	0.41	0.41	0	0.27
6	-1 -1 -1	0. 11.	0	0	0.27	
7	-1. 1. 1.	1. 1. 0.			0	
8	-1. 1. 1.	-1. 01.	0.41	0.41	0.27	0
9	-1. 1. 1.	01. 1.	0	0		0.27
10	111.	1. 1. 0.	0.41	0.41	0	0.27
11	111.	-1. 01.				0
12	111.	01. 1.	0	0	0.27	
13	-11. 1.	-1. 1. 0.	0.41	0.41		0
14	-11. 1.	1. 0. 1.			0.27	0
15	-11. 1.	011.	0	0	0	0
16	1. 11.	-1. 1. 0.			0.27	0
17	1. 11.	1. 0. 1.	0.41	0.41		0
18	1. 11.	011.	0	0	0	0
19	11. 1.	-11. 0.			0	0.27
20	11. 1.	1. 01.	0.41	0.41	0	
21	11. 1.	0. 1. 1.	0	0	0	0
22	-1. 11.	-11. 0.	0.41	0.41	0	
23	-1. 11.	1. 01.			0	0.27
24	-1. 11.	0. 1. 1.	0	0	0	0

Note : comme on considère les 24 systèmes, on ne retient que les valeurs positives du facteur de Schmidt

#### 3.4.2.2. Analyse des micro-macles et de la martensite $\varepsilon / \alpha'$

Les données E.B.S.D. permettent d'analyser la nature des micro-macles et des variantes de martensites  $\varepsilon/\alpha'$  se développant dans les grains austénitiques. On peut rappeler qu'il est souvent impossible de distinguer simplement, à partir d'un critère morphologique, les domaines correspondant à des macles ou à la martensite. L'information d'orientations accessible lors d'une analyse E.B.S.D., est alors essentielle. Pour cette étude, deux analyses E.B.S.D. supplémentaires sont présentées sur les figures A3.7 et A3.8 en annexe 3.3. Pour chaque analyse, on donne la cartographie de l'indice de qualité pour révéler la microstructure et les cartographies d'orientations permettant de localiser les phases  $\gamma$ ,  $\varepsilon$  et  $\alpha'$ . Un agrandissement sur un grain particulier de chaque analyse est proposé figures 3.26 et 3.27 de ce chapitre.

Tableau 3.11 - Facteurs de Schmidt associés aux 24 systèmes de glissement {111}<1-10>.

#### Analyse des micro-macles :

Comme déjà cité dans la partie précédente, les micro-macles se développent uniquement dans certains grains, en particulier ceux ayant un facteur d'orientation favorable (voir les domaines désorientés de 60°<111> dans la matrice austénitique, figures 3.24 et 3.25 et sur les cartographies figures A3.7 et A3.8 en annexe 3.3). Elles constituent clairement des sites privilégiés pour la transformation de phase. Dans les différents grains austénitiques, le maclage se développe en moyenne sur 1 à 2 plans de type  $\{111\}_{\gamma}$ . Le long d'un même plan  $\{111\}_{v}$ , on observe un faisceau de micro-macles parallèles. L'espacement apparent entre les différentes macles et l'épaisseur apparente des macles sont deux paramètres qui varient d'un grain à un autre. Par ailleurs, ce sont des paramètres difficiles à quantifier à partir des cartographies E.B.S.D., car les micro-macles sont des sites privilégiés pour la germination de la martensite. Le joint entre la macle et le grain de départ est plus ou moins rectiligne (il peut apparaître un peu courbé sur la cartographie E.B.S.D., mais cela est souvent lié à une déformation de l'image E.B.S.D., imputable à une dérive du faisceau électronique lors d'une analyse en haute résolution). Par ailleurs, ce joint est toujours compatible en moyenne, avec la trace du plan  $\{111\}_{\gamma}$  commun à la macle et au grain de départ. Il correspond donc à la trace du plan de maclage.

#### *Présence de martensite* ε:

La figure 3.26 présente le résultat d'une analyse E.B.S.D. avec un pas de déplacement de 20nm afin de distinguer au mieux les domaines maclés et ceux transformés en martensite  $\varepsilon/\alpha'$  (il s'agit d'une petite zone, localisée sur la cartographie sur la figure A3.7a en annexe 3.3). Cette analyse confirme la présence en fraction faible, de **martensite**  $\varepsilon$  (figure 3.26c et figure A3.7c). La martensite  $\varepsilon$  se développe le long du même plan  $\{111\}_{\gamma}$  que la macle, soit au voisinage des micro-macles soit de façon isolée dans la matrice austénitique.

#### Analyse de la martensite $\alpha$ ':

Même si en moyenne le matériau ne contient que 9% de martensite  $\alpha$ ', on observe clairement que certains grains présentent un taux de transformation proche de 40% (voir par exemple la cartographie sur la figure A3.8 en annexe 3.3).

La martensite  $\alpha$ ' se développe au voisinage des micro-macles et des bandes de martensite  $\epsilon$  (ces dernières étant toutefois rares). Sa morphologie est à nouveau très complexe. On observe dans certains grains, une variante unique qui se développe parallèlement au plan de maclage (cas du grain figure 3.26d) ou du grossissement de variantes  $\alpha$ ' en dehors des zones micromaclées, dans la matrice austénitique (figure 3.27c et figure A3.8d). Le grossissement de la martensite en dehors des bandes de glissement avait déjà été observé dans les états déformés à T=-60°C, lorsque le taux de transformation dans le grain devient important.

Les relations d'orientations de type KS restent vérifiées. Par conséquent, les désorientations entre variantes  $\alpha$ ' se développant sur un même plan {111} sont données dans le tableau 3.8.

Analysons à présent les différentes variantes sélectionnées dans les grains austénitiques. Il est fréquent d'observer deux composantes  $\alpha$ ' majoritaires dans les grains austénitiques, chaque composante présentant de fortes dispersions (voir en particulier figure 3.27c). Chaque composante  $\alpha$ ' recouvre souvent plusieurs variantes cristallographiques  $\alpha$ ' respectant les relations de KS avec l'orientation austénitique moyenne. Pour le grain  $\gamma$  particulier de la figure 3.27, nous avons analysé en détail les variantes observées expérimentalement et simulé les 24 variantes  $\alpha$ ' potentielles à partir de l'orientation moyenne  $\gamma$  (les variantes simulées sont

numérotées de 1 à 24 suivant la numérotation du tableau 3.9). Cette simulation montre que parmi les 6 variantes (correspondant aux variantes n°=1 à 6) pouvant se développer à partir du plan de maclage 2 (en rouge), les variantes n° 2/6 et 3/4 appartiennent respectivement à la composante  $\alpha$ ' rose et verte. De même, les variantes n° 7/12 et 9/11 peuvent se développer toutes les 4, à partir du plan de maclage 1 et appartiennent également respectivement à la composante  $\alpha$ ' rose et verte. On peut cependant noter que les désorientations que l'on observe entre variantes sur les cartographies, sont le plus souvent de  $60^{\circ} < 111 >_{\alpha}$ , (voir les lignes blanches figure 3.27c). Ce type de couplage ne peut s'obtenir qu'à partir de variantes se développant le long d'un même plan {111}<sub>y</sub>. Dans notre cas, il s'agit uniquement des variantes 3 et 6 sur le système 2 et des variantes 9 et 12 sur le système 1. Si l'on calcule à partir de ces 4 variantes, les désorientations entre variantes issues de deux systèmes de maclage différents, on obtient les désorientations les plus faibles possibles c'est à dire 10.54°  $<111>_{\alpha'}$ . Ce type de désorientation est souvent observé aux intersections de bandes de glissement. Cette analyse traduit une forte sélection de variantes dans les grains austénitiques, favorisant uniquement le développement de 2 variantes majoritaires, le long d'un même plan  $\{111\}_{\gamma}$ . Cette sélection de variantes apparaît de façon significative dans les grains, surtout lors du grossissement des variantes en dehors des bandes de glissement, comme déjà observé lors de la déformation à -60C.

La transformation préférentielle de certains grains  $\gamma$  et la forte sélection de variantes dans ces grains expliquent le développement de textures martensitiques assez marquées après 30% de déformation.


Figure 3.26 - Analyse E.B.S.D. avec un pas de 0.20nm permettant de confirmer la présence de martensite ε (aucune correction des données n'a été effectuée) - échantillon TA 30%.

- a) cartographie du contraste de bandes.
- b) cartographie d'orientations de l'austénite (la macle en rouge).
- c) cartographie d'orientations de l'austénite (la macle en rouge) et de la martensite ε (en jaune).
- d) cartographie d'orientations de l'austénite (la macle en rouge), de la martensite ε (en jaune) et de la martensite α' (vert/rose).



Figure 3.27 - Gros plan sur un grain austénitique particulier après 30% de déformation à température ambiante.

- a) cartographie de l'indice de qualité des diagrammes.
- b) cartographie d'orientation de l'austénite résiduelle présence de deux macles thermiques (en rouge et en vert).
- c) cartographie d'orientations de la martensite  $\alpha$ ' les désorientations  $\alpha'/\alpha'$  de 60°<111> sont révélées par des lignes blanches.

# CONCLUSION

Nous avons présenté dans ce chapitre un grand nombre de résultats que nous allons synthétiser ici :

Des essais de traction ont été menés sur un acier AISI 304 à deux températures différentes. Cette étude a révélé que la courbe de traction, les cinétiques de transformation de phase et les évolutions de texture et de microstructure étaient significativement différentes pour l'essai à - 60°C et à température ambiante (20°C).

A la température de  $-60^{\circ}C$  :

- La courbe de traction se caractérise par un palier de déformation suivi d'un écrouissage important jusqu'à rupture.
- Les mesures par diffraction de rayons X ont mis en évidence la présence de martensite ε dans les mêmes proportions que celles de la martensite α' à 10% de déformation. La fraction volumique de martensite ε diminue après 20% de déformation, ce qui suggère qu'elle se transforme en martensite α'. La cinétique de transformation α' augmente après 10% et le taux de martensite à rupture est de 90%.
- L'étude E.B.S.D. nous a permis de suivre l'évolution de la microstructure et a mis en évidence que :
  - La cinétique de transformation varie légèrement suivant l'orientation du grain considéré. Les grains de composantes Cube et Goss sont moins transformés que ceux des composantes Cuivre et Laiton tourné. Cependant aucune composante ne disparaît complètement jusqu'à 20% de déformation.
  - Dans les grains austénitiques, à 10% et 20% de déformation, des bandes de glissement parallèles aux plans {111}<sub>γ</sub> sont présentes et sont des sites de germination favorables à la transformation martensitique ε et α'. Les plans {111}<sub>γ</sub> parallèles aux bandes de glissement sont toujours ceux les mieux orientés par rapport à la contrainte macroscopique.
  - La cinétique de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  ou  $\epsilon \rightarrow \alpha'$  suit deux étapes distinctes ; la première est une phase de germination, la seconde est une phase de croissance des variantes de martensite majoritaires :
    - *L'étape de germination* : les variantes de martensite  $\alpha$ ' germent le long des bandes de glissement au contact de la martensite  $\varepsilon$ . Une bande de glissement définit 1 variante de martensite  $\varepsilon$  et 6 variantes potentielles de martensite  $\alpha$ '. Les variantes qui naissent sont souvent en relation de macle de  $60^{\circ} < 111 >_{\alpha}$  lorsqu'elles sont activées dans une même bande et de  $10.5^{\circ} < 111 >_{\alpha}$  lorsqu'elles sont activées dans deux bandes différentes (particulièrement aux intersections de celles-ci).
    - L'étape de la croissance : les variantes majoritaires dans l'étape de germination se développent prioritairement au dépend des phases austénitique et martensitique ε, en dehors des bandes de glissement. Elles forment de larges domaines martensitiques présentant de fortes dispersions qui suggèrent une activité plastique importante dans ces domaines.
  - La relation d'orientations entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha$ ' est celle de Kurdjumov Sachs.

A la température Ambiante :

- La courbe de traction subie un écrouissage quasi-constant jusqu'à rupture.

- Les mesures par diffraction des rayons X n'ont mis en évidence aucune martensite  $\varepsilon$  jusqu'à 80% de déformation nominale. La cinétique de transformation  $\alpha$ ' est peu importante avec 41% de martensite formée à rupture (80% de déformation nominale).
- L'étude E.B.S.D. nous a également permis de suivre l'évolution de la microstructure et a mis en évidence que :
  - Les grains de composantes Cube et Goss sont significativement moins transformés que ceux des composantes Cuivre et Laiton tourné.
  - Dans les grains austénitiques, des micro-macles et de la martensite  $\varepsilon$  (de faible fraction volumique) sont présentes et sont des sites de germination favorables à la martensite  $\alpha$ '.
  - Les variantes de martensite  $\alpha$ ' sont fréquemment en relation de macle de 60°<111><sub> $\alpha$ '</sub> et 10,5°<111><sub> $\alpha$ '</sub>.
  - La relation d'orientation entre les phases martensitique  $\alpha$ ' et austénitique est la relation de KS.

## **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

- [Bar99] Bargui H., influence de l'instabilité microstructure de la martensite induite par déformation plastique sur l'emboutissage des tôles en aciers inoxydables austénitiques, *thèse université de tunis*(1999).
- [Das62] Dash J. and Otte H.M, Acta. Met. 11, 1169, (1962)
- [Kel65] Kelly P.M., The martensitic transformation in steels with low stacking fault energy, *Acta. Met.*, **13**, 635, (1965)
- [Kub04] Kubler R., Etude du comportement des aciers à effet TRIP : approches micromécanique et phénoménologiques application à la mise en forme, *Thèse docteur-ingénieur, ENSAM Metz* (2004).
- [Lag64] Lagneborg R., Acta Met. 12, 823 (1964)
- [Lec72] Lecroisey F., Pineau A., Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system, *Metallurgica Transaction*, **3**, 387-396, (1972)
- [Nag04] Nagy E., Mertinger V., Tranta F., Sólyom J., Deformation induced martensitic transformation in stainless steels, *Materials Science and Engineering A*, **378** p308-313 July 2004
- [Nis78] Nishiyama Z., Martensitic transformation, *Book-Material science series*, (1978)
- [Pét05] Pétein A., Ryelandt L., Godet S., Jacques P.J., Microscale characterisation of deformed microstructures of TRIP Assisted and Multiscale Steels. *Proceeding ICOTOM 14*
- [Say02] Saylor D.M., Rohrer G.S. : J. am. Ceram. Soc. , 85, 2799-2804 (2002)
- [Spe04] Spencer K., Embury J. D., Conlon K. T., Véron M. et Bréchet Y, trengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels, *Materials Science and Engineering A* 387-389 873-881 (décembre 2004)
- [Suz77] Suzuki T., Kojima H., Suzuki K., Hshimoto T., Ichihara M., An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel, *Acta metal.* **25** 1151 (1977).
- [Ven62] Venables J.A., *phil. Mag.* **7**, 35 (1962).

# - CHAPITRE 4 -

Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ .

4.1. A	nalyse de la texture de la martensite α'	114
4.1.1.	Rappel de la texture austénitique à 10% de déformation	114
4.1.2.	Rappel des textures martensitiques	115
4.1.3.	Mise en évidence de la sélection de variantes de martensite	116
4.1.3.1	. Sélection des variantes dans les composantes Cube et Goss de l'austénite	117
4.1.3.2	. Sélection des variantes dans les composantes Laiton tourné et Cuivre de l'austénite	119
4.1.4.	Analyse de la sélection de variantes observée	120
4.2. M	lécanismes de transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha$ ' en présence de martensite $\varepsilon$ .	122
4.2.1.	Conception de la transformation de phase selon les théories phénoménologiques	s122
4.2.2.	Approche de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ ' selon Kelly	124
4.2.3.	Conception de la transformation de $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha$ '	126
4.3. Si	mulations de la sélection de variantes	129
4.3.1.	Modèles de sélection de variantes	129
4.3.2.	Modélisation de la sélection de variantes	130
4.3.2.1	. Simulation de la sélection de variantes dans chaque composante de texture austénitique	130
4.3.2.2	. Simulation de la sélection de variantes	136
4.3.3.	Modélisation de la sélection utilisant l'approche de Kelly	137
4.3.3.1	. Simulation de la sélection de variantes dans chaque composante de texture austénitique	139
4.3.3.2	. Simulation de la sélection de variantes	142
4.3.4.	Modélisation en deux étapes de la transformation $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$	143
4.3.4.1	Simulation de la sélection de variantes dans chaque composante de texture austénitique	146
	Simulation de la selection de variantes dans enaque composante de texture austematique	

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 

## **INTRODUCTION**

Le premier objectif de ce chapitre est de discuter les modifications de texture et de mettre en évidence la sélection de variantes réalisée dans l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}$ C. Nous nous basons, pour cela, sur les résultats des mesures E.B.S.D. effectuées sur les échantillons déformés à cette température et étudions les textures martensitiques mesurées pour chaque composante de texture austénitique.

Le second objectif de ce chapitre est de réaliser, dans une première approche, une modélisation de la sélection de variantes sans prendre en compte la compétition entre la plasticité et la transformation de phase. Nous considérons dans nos modèles que les variantes de martensite qui reçoivent le travail mécanique le plus grand sont naturellement favorisées pour germer. Le travail mécanique  $\Gamma^{I}$  est exprimé dans ces modèles comme le produit doublement contracté de la contrainte  $\sigma$  appliquée au grain et de la déformation de transformation  $\varepsilon^{mI}$ .

$$\Gamma^{I} = \frac{1}{2}\sigma : \varepsilon^{trI}$$

Ainsi, pour simuler la sélection de variantes dans les aciers austénitiques instables en considérant le travail mécanique, il est nécessaire de connaître le tenseur de déformation associé à la formation de chaque variante de martensite. Nous discutons des résultats de la littérature permettant d'obtenir, à partir de plusieurs hypothèses, l'expression de la déformation macroscopique engendrée par la transformation de phase. Nous rappelons ainsi la théorie phénoménologique de la transformation de phase (Wecksler, Lieberman et Read) (cf chapitre 1) puis nous montrons comment Kelly [Kel65] l'adapte au cas particulier des aciers à faible énergie de fautes d'empilements. Nous proposons ensuite un modèle de transformation adapté à la double transformation de phase  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  et élaboré dans le cadre de ce travail [Hum06]. Nous utilisons finalement les mécanismes de formation des variantes selon ces théories pour simuler, à l'aide de modèles de sélection de variantes, les textures martensitiques obtenues pour chaque composante austénitique. Nous comparons ces résultats aux résultats expérimentaux obtenus par E.B.S.D. et par diffraction des rayons X.

# 4.1. Analyse de la texture de la martensite $\alpha$ ' – mise en évidence de la sélection de variantes

Dans cette section, nous mettons en évidence la sélection de variantes  $\alpha$ '. Tout d'abord, nous rappelons les textures austénitiques et martensitiques obtenues par diffraction de rayons X et par E.B.S.D.

## 4.1.1. Rappel de la texture austénitique à 10% de déformation.

A partir des orientations mesurées par E.B.S.D., nous avons pu reconstituer la texture de la phase austénitique (figure 4.1) et la comparer avec la texture expérimentale (figure 4.2) déterminée par diffraction de rayons X et déjà présentée dans le chapitre 3. Les deux méthodes de détermination fournissent des caractéristiques très voisines de texture qui comporte les 4 composantes principales relevées sur l'échantillon dans son état initial, à savoir: les composantes Laiton tourné, Cube, Goss et Cuivre qui représentent respectivement 22%, 10%, 8% et 6% du matériau. La connaissance de la texture austénitique nous a permis d'étudier la sélection des variantes induite par la déformation de l'échantillon polycristallin. Nous ferons fréquemment référence à ces composantes de texture austénitiques tout au long de ce chapitre.



Indice de texture : 1.7

Figure 4.1 - Figures de pôles et section de la F.D.O. à φ<sub>2</sub>=45° relatives à la texture austénitique de l'échantillon T-60-10% calculée à partir des données E.B.S.D. *Niveau*, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3



Figure 4.2 – Figures de pôles et section de la F.D.O. à φ<sub>2</sub>=45° relatives à la texture austénitique mesurée par diffraction des rayons X de l'échantillon T-60-10%. *Niveau*, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3

### 4.1.2. Rappel des textures martensitiques.

Les textures martensitiques aux états de déformation de 10%, 20% et rupture sont rappelées sur les figures 4.3 4.4 et 4.5. Nous avons mis en évidence dans le chapitre précédent un renforcement des densités au cours de la déformation autour des orientations principales martensitiques (voir tableau 3.6). L'analyse E.B.S.D. des échantillons déformés a montré que la martensite  $\alpha'$  germe majoritairement à l'intérieur de bandes de glissement, composées de martensite  $\varepsilon$  et d'austénite fautée, qui définissent chacune un jeu de 6 orientations  $\alpha$ ' parmi les 24 potentielles et favorisent des couplages de variantes à  $60^{\circ} < 111 >_{\alpha'}$ . Avec l'augmentation de la déformation, les variantes de martensite présentant initialement les fractions volumiques les plus importantes vont être favorisées et vont croître sous forme de larges domaines. Le grossissement des variantes majoritaires de martensites aux premiers stades de la transformation peut être la cause directe du renforcement des densités au cours de la déformation. Cependant, la forte déformation plastique de l'austénite qui renforce les composantes majoritaires austénitiques peut également expliquer un renforcement des textures martensitiques. Pour bien comprendre l'évolution de ces textures martensitiques, il est nécessaire d'étudier en détail la sélection de variantes opérant au début de la transformation qui s'intensifie ensuite. C'est pourquoi l'analyse de la sélection de variantes s'effectuera essentiellement sur l'échantillon déformé à 10%.



Indice de texture : 1.06



Figure 4.3 - Texture martensitique à 10% de déformation à T -60°C.

Indice de texture 2.44

Figure 4.4 - Texture martensitique à 20% de déformation à T -60°C.

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 



*Indice de texture : 2.62* 

Figure 4.5 - Texture martensitique à rupture T-60°C .

#### 4.1.3. Mise en évidence de la sélection de variantes de martensite

Tout d'abord, par des mesures locales précises, nous avons pu vérifier dans le précédent chapitre que les relations d'orientations expérimentales entre la phase austénitique et les phases martensitiques  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' correspondent avec peu d'écart aux relations :

$$\begin{cases} 111 \\ \gamma // \{00.2\}_{\varepsilon} // \{011\}_{\alpha'} \\ \langle 1\overline{1}0 \rangle_{\gamma} // \langle 1\overline{2}.0 \rangle_{\varepsilon} // \langle 1\overline{1}1 \rangle_{\alpha'} \end{cases}$$

$$4.1$$

Notons que la relation d'orientation entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha$ ' est la relation de KS [Kur30].

Nous mettons en évidence la sélection de variantes en comparant, dans un premier temps, la texture martensitique expérimentale avec la texture martensitique simulée sans sélection de variantes respectant la relation de KS et héritée de la texture austénitique initiale (figure 4.6). Dans cette simulation, toute l'austénite est transformée en martensite. Ainsi, nous préférons comparer la texture simulée à celles expérimentales des échantillons déformés à 20% (figure 4.4) ou 30% (figure 4.5) qui présentent des taux de transformation plus proches de la simulation que la texture martensitique de l'échantillon déformé à 10%.

Nous constatons de fortes différences entre ces textures qui dévoilent une texture expérimentale bien plus marquée que celle calculée sans sélection de variante. Ceci indique clairement qu'une sélection de variantes est opérée dans les grains austénitiques de l'acier AISI 304 à la température de -60°C.



Figure 4.6 – Figures de pôles et section de la F.D.O. à φ<sub>2</sub>=45° relatives à la texture martensitique calculée sans sélection de variantes et respectant la relation d'orientation de KS à partir de la texture austénitique initiale de l'acier AISI 304.

Nous étudions à présent la sélection de variantes réalisée au début de la transformation en analysant les résultats expérimentaux obtenus par E.B.S.D. sur l'échantillon déformé à 10%. La sélection de variantes peut être différente suivant la composante austénitique considérée. Afin d'étudier cela, nous avons relevé dans les grains austénitiques de chacune des composantes, les orientations de toutes les variantes de martensite  $\alpha$ '. La texture martensitique est ensuite reconstituée dans chacune des composantes austénitiques, et les figures de pôles  $\{100\}_{\alpha'}$ ,  $\{110\}_{\alpha'}$  et  $\{111\}_{\alpha'}$  correspondantes sont comparées avec celles calculées à partir du jeu des 24 variantes de martensite  $\alpha'$  héritées des grains austénitiques par la relation de KS. L'analyse de ces figures permet ainsi d'évaluer l'acuité de la sélection de variantes dans chaque composante de texture austénitique.

# 4.1.3.1. Sélection des variantes dans les composantes Cube et Goss de l'austénite

Pour chacune de ces deux composantes, seule une centaine de grains  $\gamma$ , dispersés de 15° autour de l'orientation stricte et présentant des volumes transformés, a été analysée car ces composantes sont minoritaires et peu transformées à 10% de déformation. En effet, nous avons mis en évidence que les grains appartenant à ces composantes sont moins transformés que ceux appartenant aux composantes Laiton tourné et Cuivre. Dans ces grains, nous observons majoritairement une à deux bandes de glissement dans lesquelles ne germent que deux à trois variantes de martensite  $\alpha$ '. La figure A3.3 de l'annexe 3.2 présente un exemple de grain peu transformé où une seule bande de glissement a été activée et où trois variantes de martensite  $\alpha'$  ont germé (figure de droite: couleurs orange, rouge et verte). Cette configuration est souvent retrouvée pour les grains appartenant aux composantes Goss et Cube. Nous rappelons qu'une bande de glissement est toujours parallèle à un plan  $\{111\}_{y}$ . Pour ces composantes, l'analyse des facteurs de schmid (calculés avec la contrainte macroscopique et considérant soit un système de glissement {111}<1-10> ou {111}<11-2>) montre que les quatre plans  $\{111\}_{\gamma}$  ont la même probabilité d'activation. Il semble alors que la sélection d'un plan  $\{111\}_{\gamma}$  particulier est fortement lié au champ de contrainte local du grain. Cependant, sur l'ensemble des grains austénitiques étudiés pour ces composantes, les quatre plans  $\{111\}_{\gamma}$  ont été observés. L'analyse détaillée des données E.B.S.D. de l'échantillon déformé à 10% a également montré que le plan  $\{111\}_{\gamma}$  parallèle à la trace de la bande de glissement est toujours parallèle aux plans  $\{110\}_{\alpha}$  des variantes  $\alpha$ ' confinées dans la bande considérée. Le fait qu'on observe dans ces bandes que deux à trois variantes de martensite  $\alpha$ ', semble dors et déjà laisser pressentir une forte sélection de variantes  $\alpha$ ' dans ces grains.

La texture expérimentale  $\alpha$ ' dans ces grains est comparée à la texture "simulée" sans sélection de variantes sur la figure 4.7 pour la composante Cube et sur la figure 4.8. pour la composante Goss. La comparaison des figures de pôles expérimentales de la martensite (figure 4.7b) avec les figures théoriques obtenues sans sélection des variantes (figure 4.7c) montre de fortes différences et révèle une forte sélection de variantes. Ainsi la composante de texture (0,45,0) visualisée par les points dans la figure de pôles théorique (100) (figure 4.7c) est absente dans la figure expérimentale (figure 4.7b).

Pour ce qui concerne la transformation dans la composante Goss, on remarque cette fois-ci que la composante théorique (0;0;0) marquée par des points dans la figure de pôles (100) (figure 4.8c) n'apparaît pas dans la figure expérimentale (figure 4.8b). Dans chaque cas, chacune des composantes absentes citées montre que 8 variantes de martensite  $\alpha$ ' appartenant 2 à 2 à des plans {111}<sub> $\gamma$ </sub> ne sont pas sélectionnées parmi les 24 potentielles. (Voir projection stéréographique du tableau 3.9 du chapitre 3). Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 



- Figure 4.7 Comparaison des figures de pôles relatives aux textures martensitiques dans la composante austénitique Cube à celles de la texture sans sélection de variantes respectant la relation d'orientation de KS.
  - a) Texture y des 100 grains austénitiques appartenant à la composante Cube.
  - b) Texture expérimentale de la martensite formée dans ces grains.
  - c) Texture simulée sans sélection de variantes de la martensite formée dans ces grains (relation d'orientation KS).



Figure 4.8 – Comparaison des figures de pôles relatives aux textures martensitiques dans la composante austénitique Goss à celles de la texture sans sélection de variantes respectant la relation d'orientation de KS.

- a) Texture y des 88 grains austénitiques appartenant à la composante Goss.
- b) Texture expérimentale de la martensite formée dans ces grains.

c) Texture simulée sans sélection de variantes de la martensite formée dans ces grains (relation d'orientation KS).

#### 4.1.3.2. Sélection des variantes dans les composantes Laiton tourné et Cuivre de l'austénite

Le nombre de grains austénitiques analysés (environ 500), appartenant à la composante principale Laiton tourné est plus important que celui des composantes Cube, Cuivre et Goss. Les grains austénitiques appartenant à ces deux composantes de texture sont plus transformés que ceux des composantes Cube et Goss. La figure A3.4 de l'annexe 3.2 présente un grain fortement transformé pour une déformation de 10%. Dans ce grain deux à trois bandes de glissement sont activées, et à l'intérieur de ces bandes, nous observons jusqu'à six variantes de martensite  $\alpha$ '. Cette configuration est souvent observé pour ces composantes de texture austénitiques. L'analyse des facteurs de schmid des systèmes de glissement  $\{111\} < 110 > ou \{111\} < 11-2 > montre que seuls trois plans \{111\}_{y} sont favorablement orientés$ par rapport à la contrainte macroscopique pour s'activer. En effet, il a été observé expérimentalement que le quatrième plan  $\{111\}_{\gamma}$ , de facteurs de Schmid négatifs ou nuls, n'est jamais activé dans les grains austénitiques de ces composantes. Les bandes de glissement définissant, également pour ces composantes, 6 orientations  $\alpha$ ' parmi les 24 potentielles, 6 orientations  $\alpha'$  ne sont jamais représentées dans ces grains. La sélection de variantes  $\alpha'$  est moins importante que pour les orientations Cube et Goss car jusqu'à 6 orientations  $\alpha$ ' ont été observées par bande de glissement. Cependant deux à trois orientations  $\alpha$ ' sont légèrement favorisées par rapport aux autres.

La figure 4.9 montre les figures de pôles expérimentales (figure 4.9.b) et théoriques (figure 4.9.c) obtenues sans sélection de variantes pour la composante Laiton tourné. La répartition des densités est plus complexe que dans les cas analysés précédemment et les différences entre textures expérimentales et théoriques sont bien moins marquées. Les résultats E.B.S.D. ont montré qu'une sélection de variantes opère dans ces grains puisque 6 variantes de martensite  $\alpha$ ' ne sont jamais activées. Cependant cette sélection de variantes est difficilement détectable par l'analyse des figures de pôles car elle ne fait pas disparaître de composante de texture  $\alpha$ ' particulière dans la figure de pôles expérimentale par rapport à la simulation sans sélection de variantes.

Pour ce qui concerne la composante Cuivre qui est minoritaire, nous ne présentons pas les résultats car très peu de grains austénitiques ont été étudiés. Pour cette composante, comme pour la composante Laiton tourné, la sélection des variantes s'est révélée peu marquée. Dans la suite de ce chapitre, nous ne considérons alors que les trois composantes de textures de l'austénite : Cube, Goss et Laiton tourné.

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 



Figure 4.9 – Comparaison des figures de pôles relatives aux textures martensitiques dans la composante Laiton tourné à celles de la texture sans sélection de variantes respectant la relation d'orientation de KS.

- a) Texture γ des 500 grains austénitiques appartenant à la composante Laiton tourné.
- b) Texture expérimentale de la martensite formée dans ces grains.
- c) Texture simulée sans sélection de variantes de la martensite formée dans ces grains (relation d'orientation KS).

#### 4.1.4. Analyse de la sélection de variantes observée

Les résultats que nous venons de présenter montrent que l'acuité de la sélection de variantes change fortement d'une composante à l'autre.

L'analyse des micrographie E.B.S.D. a montré que quelle que soit la composante de texture austénitique étudiée, la sélection de variantes est effectuée en deux étapes distinctes. Les facteurs de Schmidt des systèmes de glissement {111}<1-10> ou {111}<11-2> montre qu'un ou des plans  $\{111\}_{\gamma}$  sont favorablement orientés pour glisser. Dans les aciers à faible énergie de fautes d'empilement, la dissociation des dislocations de vecteur de Burgers <1-10> en deux dislocations partielles de vecteur de Burgers <11-2> a souvent été observée (voir chapitre 1). Or, la martensite  $\varepsilon$  et les fautes d'empilement qui constituent une bande de glissement sont crées à partir du mouvement de ces dislocations partielles le long de plan  $\{111\}_{y}$ . Il est alors très probable que l'activité plastique sur des systèmes de glissement {111}<11-2> soit à l'origine de la formation de ces bandes de glissement. Cependant, seuls 12 systèmes de glissement {111}<11-2>, parmi les 24 permettant la dissociation des dislocations parfaites, conduisent à la formation de fautes d'empilement ou de martensite  $\varepsilon$ . Les différentes observations expérimentales montrent également que la martensite a' semble germer prioritairement à l'intérieur des bandes de glissement en respectant une relation d'orientation de KS spécifique avec l'austénite parente puisque le plan  $\{110\}_{\alpha}$  de la variante activée est parallèle au plan  $\{111\}_{\gamma}$  de la bande de glissement. Le tableau 4.1 liste les 6 relations Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 

d'orientation conduisant aux 6 variantes de martensite  $\alpha$ ' relatives aux 4 plans distincts  $\{111\}_{\gamma}$ . La première étape de la sélection de variantes observée dans l'acier AISI 304 semble être le processus d'activation des bandes de glissement le long de plans  $\{111\}_{\gamma}$  qui définissent chacune un jeu restreint de 6 variantes de martensite potentiellement actives. La seconde étape de la sélection est l'activation des variantes de martensite  $\alpha$ ' les plus favorablement orientées dans chaque bande.

Plan et direction dans l'austénite	Plan et direction dans la martensite $\alpha$
$(111)_{\gamma}[10\overline{1}]_{\gamma}$	
$(111)_{\gamma}[\overline{1}\ 10]_{\gamma}$	
$(111)_{\gamma}[0\overline{1}1]_{\gamma}$	
$(111)_{\gamma}[\overline{1}01]_{\gamma}$	
$(111)_{\gamma} [1\overline{1}0]_{\gamma}$	
$(111)_{\gamma} [1\overline{1}0]_{\gamma}$	
$(\overline{1}11)_{\gamma}[01\overline{1}]_{\gamma}$	
$(\overline{1} 11)_{\gamma} [\overline{1} \overline{1} 0]_{\gamma}$	
$(\overline{1}11)_{\gamma}[101]_{\gamma}$	
$(\overline{1}11)_{\gamma}[0\overline{1}1]_{\gamma}$	
$(\overline{1}11)_{\gamma}[110]_{\gamma}$	
$(\overline{1}11)_{\gamma}[\overline{1}0\overline{1}]_{\gamma}$	
$(\overline{1}\ \overline{1}\ 1)_{\gamma}[\overline{1}\ 0\ \overline{1}]_{\gamma}$	$(011)_{\alpha'}$ $[111]_{\alpha'}$
$(\overline{1}\ \overline{1}\ 1)_{\gamma}[011]_{\gamma}$	
$(\overline{1}\ \overline{1}\ 1)_{\gamma}[1\ \overline{1}\ 0]_{\gamma}$	
$(\overline{1} \ \overline{1} \ 1)_{\gamma} [101]_{\gamma}$	
$(\overline{1}\ \overline{1}\ 1)_{\gamma}[0\ \overline{1}\ \overline{1}]_{\gamma}$	
$(\overline{1}\ \overline{1}\ 1)_{\gamma}[\overline{1}\ 10]_{\gamma}$	
$(1\overline{1}1)_{\gamma}[0\overline{1}\overline{1}]_{\gamma}$	
$(1\overline{1}1)_{\gamma}[110]_{\gamma}$	
$(1\overline{1}1)_{r}[\overline{1}01]_{r}$	
$(1\overline{1}1)_{\gamma}[011]_{\gamma}$	
$(1\overline{1}1)_{r}[\overline{1}\overline{1}0]_{r}$	
$(1\overline{1}1)_{\gamma}[10\overline{1}]_{\gamma}$	

Tableau 4.1 – Les 6 variantes de martensites potentielles sur chaque plan  $\{111\}_{\gamma}$ .

# 4.2. Mécanismes de transformation de phase $\gamma \rightarrow \alpha$ ' en présence de martensite $\epsilon$

Trois explications principales des mécanismes de transformation martensitique  $\gamma - \alpha'$  ont été proposées dans la littérature. Elles diffèrent sur le rôle joué par la martensite  $\varepsilon$  sur la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$ .

1) Soit la transformation s'effectue directement de la phase  $\gamma$  vers la phase  $\alpha$ '. La phase martensitique  $\varepsilon$  est une conséquence de cette transformation [Das62] et n'influe donc pas sur la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ '.

2) Soit la transformation s'effectue directement de la phase  $\gamma$  vers la phase  $\alpha'$ , mais les bandes de glissement et la martensite  $\varepsilon$  déterminent les plans  $\{111\}_{\gamma}$  conduisant aux variantes sélectionnées et jouent un rôle important dans l'accommodation des contraintes engendrées par la transformation [Kel65][Ven62].

3) Soit la transformation de la phase  $\gamma$  vers la phase  $\alpha$ ' s'effectue par l'intermédiaire de la phase  $\varepsilon$  [Cin58] dans la séquence  $\gamma$  vers  $\varepsilon$  vers  $\alpha$ '. La martensite  $\varepsilon$  est créée à partir des fautes d'empilement de la phase  $\gamma$ . C'est une phase intermédiaire instable qui se transforme ensuite en martensite  $\alpha$ '.

Pour les trois cas présentés, la littérature propose des théories basées sur des mécanismes de transformation différents. La transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ ' (sans influence des bandes de glissement) a été beaucoup étudiée dans les aciers. Wecksler, Lieberman et Read, (WLR) [Wec53] ainsi que Bowles et Mackenzie (BM) [Bow54] ont été les premiers à proposer une théorie phénoménologique de la transformation martensitique. Nous exposons, dans cette partie, les hypothèses et les bases matricielles de ces deux théories qui permettent de calculer le plan d'habitat, la direction et l'amplitude de cisaillement produit par une variante de martensite.

Nous présentons ensuite comment Kelly a utilisé la théorie de Bowles et Mackenzie pour prendre en compte l'influence de la martensite  $\varepsilon$  et celle du maclage sur la transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . Finalement, à partir de l'hypothèse 3) nous formulons la succession des déformations dans la séquence  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  et établissons un modèle de sélection des variantes à deux étapes.

# 4.2.1. Conception de la transformation de phase selon les théories phénoménologiques

La théorie de WLR et celle de BM sont identiques puisqu'elles sont basées sur le même mécanisme de transformation. Cependant elles diffèrent dans la résolution matricielle du problème. Elles reposent toutes deux sur trois hypothèses :

- L'existence d'un plan d'habitat entre la phase parente et la phase produite.
- La déformation géométrique effective pour passer du réseau parent (ici γ) vers le réseau produit (ici α') est celle qui nécessitera le minimum de distorsion et donc une énergie minimale.
- La déformation de transformation est un cisaillement le long du plan d'habitat, dans une direction et une amplitude de cisaillement donnée.

Un plan d'habitat doit satisfaire aux 2 conditions suivantes:

- La norme des vecteurs de ce plan reste inchangée après transformation.

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}$ C

- Tous les vecteurs de ce plan restent également inchangés en direction.

Selon ces auteurs, la déformation produite par la transformation de phase peut se décomposer en trois opérations. La première opération est une déformation appelée déformation de Bain [Bai24] notée 'B' qui permet le changement du réseau CFC en réseau CC. C'est une compression suivant l'axe  $[001]_{\gamma}$  de la maille austénitique et une extension le long des directions  $[1-10]_{\gamma}$  et  $[110]_{\gamma}$ . La figure 4.10 illustre les correspondances de Bain entre la phase austénitique et martensitique, et la déformation à appliquer au réseau CFC pour le transformer en un réseau CC.



Figure 4.10 - Formation de la phase α' : déformation de Bain.
(A) Maille Cubique Face Centrée (CFC) de l'austénite.
(B) Maille quadratique de la martensite.
(C) Maille Cubique Centrée (CC) de la martensite.

Si  $a_{\gamma}$  est le paramètre de maille de l'austénite et  $a_{\alpha}$ ,  $c_{\alpha}$  ceux de la martensite quadratique, la déformation de Bain s'exprime par la matrice :

$$B = \begin{bmatrix} \frac{a_{\alpha}\sqrt{2}}{a_{\gamma}} & 0 & 0\\ 0 & \frac{a_{\alpha}\sqrt{2}}{a_{\gamma}} & 0\\ 0 & 0 & \frac{c_{\alpha}}{a_{\gamma}} \end{bmatrix}_{(CFC)}$$
4.2

Dans le cas de la martensite  $\alpha$ ' de réseau Cubique Centré  $c_{\alpha}=a_{\alpha}$ .

La déformation de Bain seule implique la présence d'interstices entre la phase austénitique et la phase martensitique, ce qui génère alors des contraintes internes très importantes. Ces

contraintes sont relaxées par mouvement de dislocations comme dans le cas de la déformation plastique conventionnelle. Suivant le matériau, le mouvement de dislocations parfaites donne lieu à du glissement cristallographique tandis que le mouvement de dislocations partielles donne lieu à du maclage ou des fautes d'empilement. Dans les deux cas, la déformation complémentaire à réseau invariant est un cisaillement appelé *cisaillement complémentaire noté 'P'*. Le plan cisaillé dépend beaucoup de la composition chimique du matériau. Il peut être un plan de l'austénite ou un plan de la martensite. Wayman [Way64] indique que le système de glissement, dans un acier Fe-Ni, est le système (112)<-1-11><sub> $\alpha$ </sub>, qui appartient à des plans et des directions de glissement facile des dislocations dans les structures CC de la martensite.

Pour assurer la présence d'un plan invariant et non tourné (plan d'habitat), il est nécessaire de compléter les opérations décrites précédemment par une rotation rigide notée R. Schématiquement, l'ensemble de ces opérations s'exprime par:

P<sub>1</sub>=RPB si le glissement apparaît après la déformation de Bain.

P<sub>1</sub>=RBP si le glissement apparaît avant la déformation de Bain.

Si B, P, et R sont les matrices décrivant les opérations successives connues, on peut déduire de  $P_{1,}$  le tenseur de déformation de transformation, les caractéristiques du plan d'accolement et la relation d'orientation entre phases.

Dans les deux théories, le glissement cristallographique P est considéré comme un glissement le long d'un système (112)[-1-11]<sub> $\alpha$ </sub>, précédant la déformation de Bain. Le glissement est alors référencé par rapport à l'austénite. En utilisant la correspondance des réseaux austénitique et martensitique comme défini par Bain (figure 4.10A), le système (112)[-1-11]<sub> $\alpha$ </sub>, est un système (101)[-101]<sub> $\gamma$ </sub> dans le référentiel austénitique. Le développement des calculs menant aux indices du plan d'habitat, à la direction et à l'amplitude du cisaillement produit par la germination d'une variante de martensite  $\alpha$ ' peut être trouvé dans [Nis78], les deux théories mènent aux même résultats ;

Le plan d'habitat est caractérisé par sa normale  $\vec{n} = (0.18476, 0.78233, 0.59482)$ .

La direction de glissement est du type :  $\vec{m} = [-0.209535, 0.709509, -0.672823].$ 

L'amplitude de glissement est s=0.226.

La relation d'orientation, exprimée avec les angles d'Euler, entre les deux phases  $\gamma$  et  $\alpha$ ' est : R<sub>g</sub>=(130.17, 9.67, 186.32). 4.3

Le tenseur de déformation associé à la formation de la variante I de martensite  $\alpha$ ' respectant la relation d'orientation 4.3 s'exprime à l'aide de s, m, n par :

$$\varepsilon^{trI} = \frac{1}{2} s \left( m_i n_j + m_j n_i \right)$$

# 4.2.2. Approche de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha$ ' selon Kelly

A partir de ses propres travaux et ceux de Lagneborg [Lag64], de Venable et Reed [Ven62], Kelly propose de prendre en compte la martensite  $\varepsilon$  dans le mécanisme de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  [Kel65]. Ces auteurs ont observé dans des aciers Fe-Ni, Fe-C-Cr et Fe-Ni-C la présence de bandes de glissement au contact de la martensite  $\alpha'$ . Ils montrent que ces bandes sont au début de la déformation, les traces de fautes d'empilement créées par le passage d'une dislocation partielle. Avec l'avancé de la déformation, les fautes d'empilement sont de plus en plus importantes et mènent à la création, soit de la phase martensitique  $\varepsilon$ , soient de macles (voir chapitre 1). Kelly montre que dans ses aciers et notamment dans l'acier Fe-Ni-Cr, les plans d'habitat mesurés sont très proches des plans  $\{-1-12\}_{\gamma}$  et  $\{-2-25\}_{\gamma}$  et que la relation d'orientation entre les phases  $\gamma / \varepsilon / \alpha'$  est :

$$\{111\}_{\gamma} / (0001)_{\epsilon} / (101)_{\alpha}$$
, et  $<1-10>_{\gamma} / (<1-210>_{\epsilon} / (<11-1>_{\alpha}))$ 

C'est à dire une relation de type KS entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha$ '.

Kelly propose alors de calculer par la théorie de Bowles et Mackenzie le plan d'habitat pour ses matériaux. Il fait alors l'hypothèse que le cisaillement complémentaire P de la théorie phénoménologique s'effectue dans l'austénite par un système de glissement (111) [-12-1]<sub>Y</sub>.

Nous avons vu dans le chapitre 1, que les fautes d'empilements, la martensite  $\varepsilon$  ou le maclage que nous regroupons sous 'bandes de glissement', sont créées par le glissement d'un plan  $\{111\}_{\gamma}$  dans la direction  $<11-2>_{\gamma}$ . On constate alors que le cisaillement complémentaire utilisé par Kelly est l'opposé du glissement nécessaire à la formation de ces bandes. Kelly a observé que la martensite  $\alpha$ ' est essentiellement créée à l'intérieur des bandes de glissement, c'est à dire soit à partir du réseau fauté austénitique ou soit à partir du réseau hexagonal de la martensite  $\varepsilon$ . Il suppose que le cisaillement complémentaire P annule la faute d'empilement quand la martensite  $\alpha$ ' se développe à partir de l'austénite ou rétablit le réseau cubique de l'austénite lorsque la transformation s'effectue à partir du réseau hexagonal de la martensite  $\varepsilon$ . Ainsi, il utilise, pour le cisaillement complémentaire, une direction de glissement opposée à celle nécessaire à la création de la faute ou de la structure hexagonale, à savoir un système de glissement  $\{111\}_{<-1-12>_{\gamma}$ . La déformation de Bain et la rotation du réseau austénitique permettent de former la structure martensitique  $\alpha$ ' et de conserver un plan d'habitat entre les deux phases.

Avec ces hypothèses, Kelly n'obtient pas de résultats en accord avec ses observations expérimentales. Pour palier à cela, il utilise une extension de la théorie de Bowles et Mackenzie [Bow62]. Ces derniers ont constaté des écarts entre les résultats de leur théorie et l'expérience. Ils ont alors intégré un paramètre de dilatation isotrope  $\delta$  dans l'expression de la déformation totale produit par la formation de la martensite :

$$P_1 = \delta RPB$$
 4.4

Aucune signification physique n'est donnée à  $\delta$  et sa valeur, comprise entre 0.98 et 1.018, est choisie pour être en accord avec les observations expérimentales[Nis78].

En choisissant comme déformation à réseau invariant le système de glissement (111)[-12-1] et comme paramètre de dilatation la valeur maximale ( $\delta$ =1.018), Kelly obtient les résultats suivants :

- Plan d'habitat  $(-1-12)_{\gamma}$  définissant la normale  $\vec{n}$ .
- Direction de cisaillement  $\vec{m} = [-0.81, 0.47, 0.35]$ .
- Amplitude de cisaillement s=0.212.
- Relation d'orientation de KS entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha$ ', définie en angles d'Euler :

$$R_g = (170.37, 85.70, 131.95)$$
 4.5

qui peut s'exprimer aussi par:

$$(111)_{\gamma}/(101)_{\alpha'}$$
 et  $[1-10]_{\gamma}/([11-1]_{\alpha'}$  4.6

On remarque alors que ces résultats sont tout à fait en accord avec les observations expérimentales de Kelly qui prédisent une relation d'orientation de KS entre les phases  $\gamma/\alpha'$  et un plan d'habitat {-1-12}.

Conformément aux hypothèses de la théorie phénoménologique, le tenseur de déformation associé à la formation de la variante de martensite  $\alpha$ ' respectant la relation d'orientation 4.6 n'est autre que:

$$\varepsilon^{tr} = \frac{1}{2}s(m_i n_j + m_j n_i)$$

$$4.7$$

#### 4.2.3. Conception de la transformation de $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$

Humbert et al [Hum06] décrivent la transformation de  $\gamma$  vers  $\alpha$ ' comme une succession de 2 étapes respectant la séquence de transformation de  $\gamma$  vers  $\varepsilon$  puis de  $\varepsilon$  vers  $\alpha$ '. A chaque étape correspond une déformation de transformation spécifique.

En premier lieu, la structure CFC de l'austénite se transforme en structure hexagonale de la martensite  $\varepsilon$ . Les variantes de martensite  $\varepsilon$  formées sont alors considérées comme instables et se transforment aussitôt en martensite  $\alpha$ ' de structure CC.

En accord avec les observations exposées dans le chapitre 3, les trois phases respectent les relations d'orientation 4.1:

$$(111)_{\gamma}/(0001)_{\epsilon}/(011)_{\alpha}$$
, et  $[1-10]_{\gamma}/([1-210]_{\epsilon}/([1-11]_{\alpha}))$ 

Transformation de l'austénite  $\gamma$  en martensite  $\varepsilon$ .

Comme déjà exposée dans le Chapitre 1, la transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  se produit par un glissement d'amplitude a/6 dans la direction [11-2] sur tous les deux plans {111} successifs.

La formation de la martensite  $\varepsilon$  produit donc un glissement d'amplitude  $\gamma_0 = \frac{\|\vec{b}_1\|}{2.d_{111}} = \frac{\sqrt{2}}{4}$  dans la direction du type <11-2> du réseau austénitique, avec d\_{111} la distance interréticulaire entre deux plans {111}<sub> $\gamma$ </sub> et  $\vec{b}_1$  le vecteur de Burgers  $\frac{a}{6} \langle 11\overline{2} \rangle$ .

Si l'on considère un référentiel K<sub>2</sub>, dont les axes principaux x<sub>i</sub> sont définis comme :

$$\vec{x}_1 / [11\overline{2}], \vec{x}_2 / [\overline{1}10], \vec{x}_3 / [111]$$

La déformation produite par la formation d'une variante de martensite  $\epsilon$  est exprimée par la matrice:

$$D = \begin{bmatrix} 1 & 0 & \frac{\sqrt{2}}{4} \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix}$$
 4.8

Dans le référentiel standard  $K_{\gamma}$  {[100]<sub> $\gamma$ </sub>, [010]<sub> $\gamma$ </sub>, [001]<sub> $\gamma$ </sub>} la matrice D s'exprime :

$$D^{\gamma \to \varepsilon} = \frac{1}{12} \begin{bmatrix} 13 & 1 & 1\\ 1 & 13 & 1\\ -2 & -2 & 10 \end{bmatrix}$$
 4.9

Le tenseur de déformation associé est donné par l'expression  $\epsilon^{\gamma \to \epsilon} = (D+D^T)/2$ -I, avec I le tenseur identité:

$$\varepsilon^{\gamma \to \varepsilon} = \frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & 2 & -1 \\ 2 & 2 & -1 \\ -1 & -1 & -4 \end{bmatrix}$$
 4.10

Cette déformation mène à la variante cristallographique respectant la relation d'orientation :

$$(111)_{\gamma}/(0002)_{\varepsilon}$$
  
[-110] <sub>$\gamma'/[2-1-10]_{\varepsilon}$  4.11</sub>

Transformation de la martensite  $\varepsilon$  en martensite  $\alpha'$ .

Si l'on considère le référentiel  $K_{\varepsilon}$  tel que  $\vec{y}_1 = [2\,\overline{1}\,\overline{1}\,0]_{\varepsilon}, \vec{y}_2 = [0\,\overline{1}\,10]_{\varepsilon}, \vec{y}_3 = [0002]_{\varepsilon}$  (figure 4.11), la déformation produite par la formation de la martensite  $\alpha$ ' à partir de la martensite  $\varepsilon$  apparaît essentiellement dans le plan (y<sub>1</sub>,y<sub>2</sub>) (figure 4.12), complétée ensuite par une faible élongation le long de l'axe y<sub>3</sub>. Après la transformation, la direction  $[2\,\overline{1}\,\overline{1}\,0]_{\varepsilon}$  devient la direction  $\frac{1}{2}[11\,\overline{1}]_{\alpha'}$  par une contraction le long de l'axe y<sub>1</sub> tandis que la direction  $[11\overline{2}0]_{\varepsilon}$  devient, après rotation et élongation, la direction  $\frac{1}{2}[\overline{1}\,\overline{1}\,\overline{1}]_{\alpha'}$ . Finalement le long de l'axe y<sub>3</sub> la direction  $[0002]_{\varepsilon}$  devient la direction  $[011]_{\alpha'}$ .

La matrice  $D^{\epsilon \to \alpha'}$  associée à la formation d'une variante de martensite  $\alpha'$  respectant la relation d'orientation,

$$\begin{array}{l} (0002)_{\varepsilon} //(011)_{\alpha'} \\ [2\,\overline{1}\,\overline{1}\,0]_{\varepsilon} //[11\,\overline{1}]_{\alpha'} \end{array}$$

$$4.12$$

s'écrit :

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha$ ' associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 

$$D^{\varepsilon \to \alpha'} = \begin{bmatrix} \frac{a_{\alpha'}\sqrt{3}}{2a_{\varepsilon}} & -\frac{a_{\alpha'}}{6a_{\varepsilon}} & 0\\ 0 & \frac{a_{\alpha'}\sqrt{8}}{3a_{\varepsilon}} & 0\\ 0 & 0 & \frac{a_{\alpha'}\sqrt{2}}{c_{\varepsilon}} \end{bmatrix}$$

$$4.13$$

où  $a_{\alpha}$ , est le paramètre de maille de la martensite  $\alpha$ ' (de structure cubique centré),  $a_{\epsilon}$  et  $c_{\epsilon}$  sont les paramètres de maille de la martensite  $\varepsilon$ .

Le tenseur de déformation est exprimé par la relation :

$$\varepsilon^{\varepsilon \to \alpha'} = \frac{1}{2} (D + D^T) - I \qquad 4.14$$

avec I, le tenseur identité.



Figure 4.11 - Illustration de la relation d'orientation entre les phases  $\gamma/\epsilon/\alpha'$ 



Figure 4.12 - Illustration dans le plan basal de la déformation de transformation produite par la transformation  $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ .

# 4.3. Simulations de la sélection de variantes

Nous présentons dans cette partie des simulations de la texture martensitique obtenues à partir de la texture initiale de l'austénite, à l'aide de modèles de sélection de variantes reposant sur un critère énergétique. Les simulations diffèrent par la déformation de transformation utilisée. En effet, les résultats des simulations sont comparés aux résultats expérimentaux afin de choisir parmi les théories présentées précédemment, celles qui mènent à la déformation de transformation la mieux adaptée au comportement de l'acier AISI 304.

Dans un premier temps, les simulations de sélection des variantes ont été menées pour chaque composante de texture de l'austénite. Les textures de martensite simulées sont comparées avec les textures expérimentales de martensite mesurées par E.B.S.D. Dans un second temps, nous présentons les simulations de la texture martensitique globale héritée de la texture austénitique initiale de l'acier AISI 304. On compare la texture martensitique simulée à celle de l'échantillon T-60\_20% car cet échantillon présente un taux de transformation élevé (proche de 70%), la texture martensitique a été mesurée quantitativement, ce qui n'est pas le cas pour l'échantillon à 10% de déformation.

# 4.3.1. Modèles de sélection de variantes

Les modèles utilisés dans cette partie sont des modèles de sélection de variantes élémentaires. On considère que la sélection des variantes est conduite par la contrainte macroscopique. Le modèle de sélection des variantes que nous avons mis en œuvre repose sur le principe suivant : L'application d'une contrainte  $\Sigma$  permet de favoriser, au sein d'un grain austénitique, la formation des variantes de martensite pour lesquelles le travail mécanique  $\Gamma^{I} = \frac{1}{2}\sigma$ :  $\varepsilon^{trI}$  est supérieur à une valeur seuil. Dans chaque modèle, nous définissons un critère de sélection tel que la valeur seuil soit une fraction x de l'énergie mécanique maximale de toutes les variantes du grain ou du polycristal, avec x une valeur entre 0 et 1. La valeur seuil  $\Gamma_c$  est alors définie par :

$$\Gamma_c = x \times \Gamma_{\max}^I$$

Ici, nous ne prétendons pas que, dans la réalité, la première variante de martensite germera à la température de  $-60^{\circ}$ C à la valeur de  $\Gamma_c$ . Ce critère de sélection nous sert seulement d'indicateur sur les variantes présentant une énergie mécanique favorable à la germination. x est déterminé dans chaque simulation par une méthode d'erreurs et d'essais. La valeur retenue est celle qui conduit à la sélection de variantes et les textures martensitiques simulées de l'acier AISI 304 les plus réalistes.

Dans ces modèles, aucune transition d'échelle n'est réalisée. On suppose, par conséquent, que la contrainte locale  $\sigma$  est égale à la contrainte appliquée  $\Sigma$ . Nous ne considérons ensuite que la transformation de phase et ne prenons pas en compte la plasticité cristalline du grain. La sélection de variantes dans le polycristal est réalisée en une itération. Aucune cinétique de transformation n'est prise en compte, la transformation de phase est considérée comme totale dans un grain dès qu'une ou des variantes de martensite est sélectionnée. Finalement, toutes les variantes sélectionnées par le modèle se partagent équitablement la fraction volumique du grain parent.

Les différentes simulations réalisées diffèrent soit par l'expression de  $\varepsilon^{trl}$  obtenue par la

théorie phénoménologique ou par l'approche de Kelly, soit en considérant une succession de deux transformations selon notre point de vue. Pour les deux premiers cas, rappelons que chacune des 24 déformations de transformation  $\varepsilon^{trl}$  conduit à une variante de martensite  $\alpha'$  d'orientation déterminée. Dans le cas de la séquence de transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  les expressions 4.10 et 4.11 pour la formation des variantes de martensite  $\varepsilon$  et 4.12 et 4.14 pour la formation des variantes de martensite  $\alpha'$ , décrivent les correspondances entre déformations et relations d'orientation correspondantes.

Le travail mécanique  $\Gamma^{I} = \frac{1}{2}\sigma : \varepsilon^{trI}$  est calculé dans le repère d'échantillon en faisant les transformations tensorielles sur les  $\varepsilon^{trI}$  qui initialement sont décrits dans le repère cristallin du grain d'austénite.

Pour les simulations, nous avons supposé une variation de traction uniaxiale de valeur 100MPa :

$$\sigma = \begin{pmatrix} 100 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

## 4.3.2. Modélisation de la sélection de variantes utilisant la déformation de transformation de la théorie phénoménologique

La déformation de transformation déduite de la théorie phénoménologique de WLR ou de BM, est basée sur une transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . Le plan d'habitat entre la phase  $\gamma$  et  $\alpha'$  et la direction de glissement utilisés dans cette simulation sont des équivalents par symétrie de ceux présentés dans le paragraphe 4.2.1.

 $\vec{n} = (-0.18, 0.78, -0.59).$ 

 $\vec{m} = [0.20, 0.70, 0.67].$ 

L'amplitude de glissement est s=0.226.

La déformation de transformation  $\varepsilon^{trI} = \frac{1}{2}s(m_in_j + m_jn_i)$  conduit alors à la variante de

martensite d'orientation {49.85, 9.67, 263.65} définie par rapport au repère de l'austénite. En appliquant les éléments de symétrie du cube au plan d'habitat  $\vec{n}$  et à la direction de glissement  $\vec{m}$ , nous obtenons 24 plans et 24 directions de glissement dans le référentiel austénitique donnant les 24  $\epsilon^{trI}$  et les 24 variantes de martensite  $\alpha$ ' listées dans les tableaux 4.2, 4.3, 4.4.

# 4.3.2.1. Simulation de la sélection de variantes dans chaque composante de texture austénitique.

Nous avons réalisé dans les composantes de texture Cube, Goss, Laiton tourné de l'austénite initiale, une série de simulations dont la procédure est décrite ci-dessous. Ces simulations ont été réalisées sur l'orientation stricte caractérisant la composante, puis sur un agrégat polycristallin constitué de grains désorientés au maximum de 15° autour de cette orientation.

La démarche du calcul pour chaque grain d'orientation  $g^{\gamma}$  est la suivante :

- Calcul de chaque tenseur de déformation ε<sup>trI</sup>, associé aux 24 variantes, exprimé dans le référentiel macroscopique.
- Calcul de l'énergie mécanique potentielle  $\Gamma^{I}$  pour les 24 variantes de martensite.
- Recherche de l'énergie maximale  $\Gamma^{I}_{max}$  parmi les 24 variantes.
- Sélection des variantes dont l'énergie mécanique est supérieure à une valeur critique définie par  $\Gamma_c = x \times \Gamma_{\max}^i$ , où x est une valeur entre 0 et 1 qui impose la sévérité de la sélection.
- Calcul des orientations  $g^{\alpha'}$  de chaque variante sélectionnée.

Le critère de sélection a été fixé à  $\Gamma_c = 0.9 \times \Gamma_{\text{max}}$ .

#### Simulation de la sélection dans la composante austénitique CUBE

Le tableau 4.2 donne la liste des variantes de martensite et leur énergie mécanique respective pour l'orientation stricte. Toutes les variantes en gras ont été sélectionnées et projetées dans les figures de pôles {100}, {110} et {111}. On remarque que les valeurs énergétiques des 8 variantes sélectionnées sont identiques et que toutes les autres variantes ont une énergie négative. Par conséquent, sur l'orientation stricte, la sélection de variantes est forte, et sera identique quelle que soit la valeur de x choisie entre 0 et 1. La figure 4.13 compare les textures martensitiques simulées et expérimentales, déjà présentés dans la partie 4.1. On remarque que les textures de martensite simulées avec sélection des variantes (figure 4.13a, b) sont en bon accord avec les données expérimentales (figure 4.13c). En effet la composante martensitique Goss (0,45,0) repérée par des points sur la figure (100) de la figure 4.13d n'apparaît pas dans la simulation. Le modèle de sélection reflète qualitativement la forte sélection réelle.

N°	Р	lan d'habit	at	Directi	on de gliss	sement	Energie Meca.	Activation
1	-1.82E-01	7.79E-01	-5.99E-01	2.06E-01	7.05E-01	6.77E-01	-0.85171	$\otimes$
2	-7.79E-01	-1.82E-01	-5.99E-01	-7.05E-01	2.06E-01	6.77E-01	12.42858	OUI
3	1.82E-01	-7.79E-01	-5.99E-01	-2.06E-01	-7.05E-01	6.77E-01	-0.85171	$\otimes$
4	7.79E-01	1.82E-01	-5.99E-01	7.05E-01	-2.06E-01	6.77E-01	12.42858	OUI
5	-1.82E-01	5.99E-01	7.79E-01	2.06E-01	-6.77E-01	7.05E-01	-0.85171	$\otimes$
6	-7.79E-01	5.99E-01	-1.82E-01	-7.05E-01	-6.77E-01	2.06E-01	12.42858	OUI
7	1.82E-01	5.99E-01	-7.79E-01	-2.06E-01	-6.77E-01	-7.05E-01	-0.85171	$\otimes$
8	7.79E-01	5.99E-01	1.82E-01	7.05E-01	-6.77E-01	-2.06E-01	12.42858	OUI
9	-5.99E-01	-1.82E-01	7.79E-01	6.77E-01	2.06E-01	7.05E-01	-9.18007	$\otimes$
10	-5.99E-01	-7.79E-01	-1.82E-01	6.77E-01	-7.05E-01	2.06E-01	-9.18007	$\otimes$
11	-5.99E-01	1.82E-01	-7.79E-01	6.77E-01	-2.06E-01	-7.05E-01	-9.18007	$\otimes$
12	-5.99E-01	7.79E-01	1.82E-01	6.77E-01	7.05E-01	-2.06E-01	-9.18007	$\otimes$
13	1.82E-01	-5.99E-01	7.79E-01	-2.06E-01	6.77E-01	7.05E-01	-0.85171	$\otimes$
14	7.79E-01	-5.99E-01	-1.82E-01	7.05E-01	6.77E-01	2.06E-01	12.42858	OUI
15	-1.82E-01	-5.99E-01	-7.79E-01	2.06E-01	6.77E-01	-7.05E-01	-0.85171	$\otimes$
16	-7.79E-01	-5.99E-01	1.82E-01	-7.05E-01	6.77E-01	-2.06E-01	12.42858	OUI
17	5.99E-01	1.82E-01	7.79E-01	-6.77E-01	-2.06E-01	7.05E-01	-9.18007	$\otimes$
18	5.99E-01	7.79E-01	-1.82E-01	-6.77E-01	7.05E-01	2.06E-01	-9.18007	$\otimes$
19	5.99E-01	-1.82E-01	-7.79E-01	-6.77E-01	2.06E-01	-7.05E-01	-9.18007	$\otimes$
20	5.99E-01	-7.79E-01	1.82E-01	-6.77E-01	-7.05E-01	-2.06E-01	-9.18007	$\otimes$
21	-1.82E-01	-7.79E-01	5.99E-01	2.06E-01	-7.05E-01	-6.77E-01	-0.85171	$\otimes$
22	7.79E-01	-1.82E-01	5.99E-01	7.05E-01	2.06E-01	-6.77E-01	12.42858	OUI
23	1.82E-01	7.79E-01	5.99E-01	-2.06E-01	7.05E-01	-6.77E-01	-0.85171	$\otimes$
24	-7.79E-01	1.82E-01	5.99E-01	-7.05E-01	-2.06E-01	-6.77E-01	12.42858	OUI

Tableau 4.2 : Tableau récapitulatif des énergies mécaniques pour les variantes déduitesde la Théorie phénoménologie pour un grain d'orientation (0,0,0) CUBE.



Figure 4.13 - Figures de pôles relatives aux textures martensitiques formées dans la composante Cube à partir de la théorie phénoménologique.

- a) Texture  $\alpha$ ' simulée avec sélection de variantes dans un grain d'orientation (0,0,0)
- b) Texture α' simulée sur 100 grains austénitiques de composante Cube.
- c) Texture α' expérimentale formée dans ces grains.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes simulée à partir de la relation d'orientation déduite la théorie phénoménologique.

Niveau : 1,2,3,4,5,6

#### Simulation de la sélection dans la composante austénitique GOSS

Le tableau 4.3 donne (en gras) la liste des variantes de martensite sélectionnées avec le modèle. On remarque en comparant ce tableau avec le tableau 4.2 qu'ils sont identiques. Ce qui indique que dans les repères austénitiques des grains de composante stricte Cube ou Goss, les variantes de martensite activées sont les mêmes. Ceci est expliqué par le fait que l'on réalise une traction uniaxiale suivant l'axe [100] du repère échantillon qui est parallèle aux axes  $[100]_{\gamma}$  des composantes Cube et Goss. Cependant les orientations de ces variantes exprimées dans le référentiel macroscopique seront différentes. Ce constat restera vrai pour toutes les simulations effectuées dans ce chapitre. Afin d'alléger la présentation, nous ne présentons plus qu'un seul tableau pour les deux composantes.

L'examen des différentes textures (figure 4.14) montre que le modèle respecte les tendances de la sélection de variantes réelle aussi bien pour l'orientation stricte que pour un agrégat polycristallin de 88 grains. En effet l'orientation martensitique  $\alpha$ ' Cube (0,0,0) marquée par des points sur la figure 4.14d, n'est pas présente sur la figure de pôles (100) des figures 4.14a et b.

#### Simulation de la sélection dans la composante austénitique Laiton tourné

La liste des variantes de martensite sélectionnées avec le modèle pour cette composante est présentée dans le tableau 4.4. La valeur maximale de l'énergie mécanique correspondant aux variantes de martensite  $\alpha$ ' dans ce grain est quatre fois inférieure à celle des grains de composantes Cube et Goss. Six variantes de martensite  $\alpha$ ' sont sélectionnées pour x=0.9. Néanmoins, contrairement aux observations faites dans les tableaux 4.2 et 4.3 pour les composantes Cube et Goss, une diminution de x de 0.9 à 0.6 permettrait de sélectionner 6 variantes de martensite supplémentaires (les variantes N°=2,7,12,14,17 et 21). La sélection de variantes dans cette composante semble être, par conséquent, plus complexe et moins sévère que celle effectuée dans les composantes Cube et Goss.

A partir des figures (4.15a) et (4.15c), nous pouvons voir que la texture de la martensite simulée à partir de l'orientation stricte Laiton tourné montre les mêmes tendances que la texture expérimentale (figure 4.15c) relevée sur un total de 500 grains austénitiques. Ceci est confirmé lorsque la simulation est réalisée sur un agrégat de 500 grains désorientés jusqu'à 15° autour de la composante Laiton tourné stricte (figure 4.15b).

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 

N°	Р	lan d'habit	at	Directi	on de gliss	sement	Energie Meca.	Activation
1	-1.82E-01	7.79E-01	-5.99E-01	2.06E-01	7.05E-01	6.77E-01	-0.85171	$\otimes$
2	-7.79E-01	-1.82E-01	-5.99E-01	-7.05E-01	2.06E-01	6.77E-01	12.42858	OUI
3	1.82E-01	-7.79E-01	-5.99E-01	-2.06E-01	-7.05E-01	6.77E-01	-0.85171	$\otimes$
4	7.79E-01	1.82E-01	-5.99E-01	7.05E-01	-2.06E-01	6.77E-01	12.42858	OUI
5	-1.82E-01	5.99E-01	7.79E-01	2.06E-01	-6.77E-01	7.05E-01	-0.85171	$\otimes$
6	-7.79E-01	5.99E-01	-1.82E-01	-7.05E-01	-6.77E-01	2.06E-01	12.42858	OUI
7	1.82E-01	5.99E-01	-7.79E-01	-2.06E-01	-6.77E-01	-7.05E-01	-0.85171	$\otimes$
8	7.79E-01	5.99E-01	1.82E-01	7.05E-01	-6.77E-01	-2.06E-01	12.42858	OUI
9	-5.99E-01	-1.82E-01	7.79E-01	6.77E-01	2.06E-01	7.05E-01	-9.18007	$\otimes$
10	-5.99E-01	-7.79E-01	-1.82E-01	6.77E-01	-7.05E-01	2.06E-01	-9.18007	$\otimes$
11	-5.99E-01	1.82E-01	-7.79E-01	6.77E-01	-2.06E-01	-7.05E-01	-9.18007	$\otimes$
12	-5.99E-01	7.79E-01	1.82E-01	6.77E-01	7.05E-01	-2.06E-01	-9.18007	$\otimes$
13	1.82E-01	-5.99E-01	7.79E-01	-2.06E-01	6.77E-01	7.05E-01	-0.85171	$\otimes$
14	7.79E-01	-5.99E-01	-1.82E-01	7.05E-01	6.77E-01	2.06E-01	12.42858	ουι
15	-1.82E-01	-5.99E-01	-7.79E-01	2.06E-01	6.77E-01	-7.05E-01	-0.85171	$\otimes$
16	-7.79E-01	-5.99E-01	1.82E-01	-7.05E-01	6.77E-01	-2.06E-01	12.42858	OUI
17	5.99E-01	1.82E-01	7.79E-01	-6.77E-01	-2.06E-01	7.05E-01	-9.18007	$\otimes$
18	5.99E-01	7.79E-01	-1.82E-01	-6.77E-01	7.05E-01	2.06E-01	-9.18007	$\otimes$
19	5.99E-01	-1.82E-01	-7.79E-01	-6.77E-01	2.06E-01	-7.05E-01	-9.18007	$\otimes$
20	5.99E-01	-7.79E-01	1.82E-01	-6.77E-01	-7.05E-01	-2.06E-01	-9.18007	$\otimes$
21	-1.82E-01	-7.79E-01	5.99E-01	2.06E-01	-7.05E-01	-6.77E-01	-0.85171	$\otimes$
22	7.79E-01	-1.82E-01	5.99E-01	7.05E-01	2.06E-01	-6.77E-01	12.42858	OUI
23	1.82E-01	7.79E-01	5.99E-01	-2.06E-01	7.05E-01	-6.77E-01	-0.85171	$\otimes$
24	-7.79E-01	1.82E-01	5.99E-01	-7.05E-01	-2.06E-01	-6.77E-01	12.42858	OUI

Tableau 4.3 - Tableau récapitulatif des énergies mécaniques pour les variantes déduites de la théorie phénoménologie pour un grain d'orientation (0,45,0) Goss.



Figure 4.14 - Figures de pôles relatives aux textures martensitiques formées dans la composante Goss avec les variantes déduites de la théorie phénoménologique.

- a) Texture  $\alpha$ ' simulée avec sélection de variantes dans un grain d'orientation (0,45,0)
- b) Texture α' simulée sur 88 grains austénitiques de composante Goss.
- c) Texture α' expérimentale formée dans ces grains.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes à partir de la relation d'orientation déduite la théorie phénoménologique.

Niveau : 1,2,3,4,5,6

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 

N°	Р	lan d'habit	at	Directi	on de gliss	sement	Energie Meca.	Activation
1	-1.82E-01	7.79E-01	-5.99E-01	2.06E-01	7.05E-01	6.77E-01	-2.10285	$\otimes$
2	-7.79E-01	-1.82E-01	-5.99E-01	-7.05E-01	2.06E-01	6.77E-01	2.11061	$\otimes$
3	1.82E-01	-7.79E-01	-5.99E-01	-2.06E-01	-7.05E-01	6.77E-01	3.21749	OUI
4	7.79E-01	1.82E-01	-5.99E-01	7.05E-01	-2.06E-01	6.77E-01	-0.02518	$\otimes$
5	-1.82E-01	5.99E-01	7.79E-01	2.06E-01	-6.77E-01	7.05E-01	-0.02787	$\otimes$
6	-7.79E-01	5.99E-01	-1.82E-01	-7.05E-01	-6.77E-01	2.06E-01	-2.10384	$\otimes$
7	1.82E-01	5.99E-01	-7.79E-01	-2.06E-01	-6.77E-01	-7.05E-01	2.10853	$\otimes$
8	7.79E-01	5.99E-01	1.82E-01	7.05E-01	-6.77E-01	-2.06E-01	3.21675	OUI
9	-5.99E-01	-1.82E-01	7.79E-01	6.77E-01	2.06E-01	7.05E-01	3.21549	OUI
10	-5.99E-01	-7.79E-01	-1.82E-01	6.77E-01	-7.05E-01	2.06E-01	-0.02600	$\otimes$
11	-5.99E-01	1.82E-01	-7.79E-01	6.77E-01	-2.06E-01	-7.05E-01	-2.10546	$\otimes$
12	-5.99E-01	7.79E-01	1.82E-01	6.77E-01	7.05E-01	-2.06E-01	2.10954	$\otimes$
13	1.82E-01	-5.99E-01	7.79E-01	-2.06E-01	6.77E-01	7.05E-01	-2.10546	$\otimes$
14	7.79E-01	-5.99E-01	-1.82E-01	7.05E-01	6.77E-01	2.06E-01	2.10954	$\otimes$
15	-1.82E-01	-5.99E-01	-7.79E-01	2.06E-01	6.77E-01	-7.05E-01	3.21549	OUI
16	-7.79E-01	-5.99E-01	1.82E-01	-7.05E-01	6.77E-01	-2.06E-01	-0.02600	$\otimes$
17	5.99E-01	1.82E-01	7.79E-01	-6.77E-01	-2.06E-01	7.05E-01	2.10853	$\otimes$
18	5.99E-01	7.79E-01	-1.82E-01	-6.77E-01	7.05E-01	2.06E-01	3.21675	OUI
19	5.99E-01	-1.82E-01	-7.79E-01	-6.77E-01	2.06E-01	-7.05E-01	-0.02787	$\otimes$
20	5.99E-01	-7.79E-01	1.82E-01	-6.77E-01	-7.05E-01	-2.06E-01	-2.10384	$\otimes$
21	-1.82E-01	-7.79E-01	5.99E-01	2.06E-01	-7.05E-01	-6.77E-01	2.11061	$\otimes$
22	7.79E-01	-1.82E-01	5.99E-01	7.05E-01	2.06E-01	-6.77E-01	-2.10285	$\otimes$
23	1.82E-01	7.79E-01	5.99E-01	-2.06E-01	7.05E-01	-6.77E-01	-0.02518	$\otimes$
24	-7.79E-01	1.82E-01	5.99E-01	-7.05E-01	-2.06E-01	-6.77E-01	3.21749	OUI

Tableau 4.4 - Tableau récapitulatif des énergies mécaniques pour les variantes déduites de la Théorie phénoménologie pour un grain d'orientation (35.6,90,45) de la composante Laiton tourné.



Figure 4.15 - Figures de pôles relatives aux textures martensitiques formées dans la composante Laiton tourné à partir des variantes déduite de la théorie phénoménologique.

- a) Texture  $\alpha$ ' simulée avec sélection de variantes dans un grain d'orientation (35.6,90,45)
- b) Texture α' simulée sur 500 grains austénitiques de composante Laiton tourné.
- c) Texture a' expérimentale formée dans ces grains.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes à partir de la relation d'orientation déduite la théorie phénoménologique.

Niveau : 1, 2, 3, 4, 5, 6

# 4.3.2.2. Simulation de la sélection de variantes sur un agrégat de 2888 grains représentatif de la texture initiale austénitique de l'AISI 304

Un fichier de 2888 orientations individuelles reproduisant la texture austénitique initiale de l'acier AISI 304 a été crée. La texture de ce polycristal représentée sur la figure 4.16 par les figures de pôles (100) (110) (111) est peu différente de la texture expérimentale présentée figure 3.7.



 $\label{eq:Figure 4.16} Figure 4.16 - Figures de pôles et section de la F.D.O. à \phi_2 = 45^\circ relatives à la texture austénitique de l'agrégat polycristallin de 2888 grains.$ 

Niveau, 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3

Pour cette simulation, le seuil énergétique de la sélection des variantes est choisi de manière un peu différente. Comme pour les simulations réalisées pour chaque composante de texture, nous supposons qu'une variante de martensite ne peut germer que si son énergie mécanique dépasse une certaine valeur critique. Cependant cette valeur, qui correspondait à 90% de l'énergie maximale **de chaque grain**, est maintenant définie à 80% de l'énergie maximale calculée sur **tous les grains**. Dans ces conditions, il se peut que certains grains austénitiques ne présentent aucune variante avec un niveau énergétique supérieur au seuil calculé. Par conséquent, ces grains ne se transformeront pas.

La texture martensitique simulée (figure 4.17) est beaucoup plus marquée que la texture expérimentale de l'échantillon T-60\_20% (figure 4.4). De plus, les densités de pôles les plus intenses ne sont pas ceux des figures expérimentales.



Figure 4.17 – Figures de pôles et section de la F.D.O. à φ<sub>2</sub>=45° relatives à la texture martensitique simulée à partir de la théorie phénoménologique sur l'agrégat polycristallin représentatif de la texture austénitique initiale de l'acier 304. *Niveau*, 0.5,1,1.5,2,2.5,3

Nous pouvons estimer les composantes majoritairement transformées en comparant les textures austénitiques résiduelles simulée et initiale (figure 3.7). La figure 4.18 présente les figures de pôles et la section à  $\varphi_2$ =45° de la texture des grains  $\gamma$  qui ne se sont pas transformés dans la simulation. On constate, sur la section de la F.D.O., que les composantes Cube et Goss de l'austénite ont disparu (figure 3.7). L'ensemble des grains des composantes Cube et Goss

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 

s'est transformé en martensite. Ceci indique qu'au moins une des variantes potentielles des composantes Cube et Goss de l'austénite peut recevoir une énergie mécanique supérieure au seuil calculé. Ce qui n'est pas le cas pour les variantes dans les grains austénitiques de composantes Laiton tourné et Cuivre qui sont beaucoup moins transformés dans la modélisation. Comme l'indique les tableaux 4.2, 4.3 et 4.4, ce déséquilibre s'explique par l'écart important qui existe entre les énergies mécaniques maximales correspondantes aux variantes dans les grains de composantes Cube et Goss et ceux de la composante Laiton tourné.



Figure 4.18 – Figures de pôles et section de la F.D.O. à φ<sub>2</sub>=45° relatives à la texture austénitique résiduelle simulée à partir de la théorie phénoménologique sur l'agrégat polycristallin représentatif de la texture austénitique initiale de l'acier 304. Niveau, 0.5,1,1.5,2,2.5,3

Ces simulations montrent que les déformations de transformation déduites de la théorie phénoménologique et les orientations de martensite correspondantes conduisent à une sélection des variantes de martensite réaliste dans chaque composante de texture lorsque celles-ci sont traitées indépendamment. Ceci n'est plus vrai lorsque les quatre composantes de texture sont traitées ensemble. Les énergies maximales reçues par les variantes des grains de composantes Cube et Goss sont environ quatre fois supérieures à celles des grains de composantes Cuivre et Laiton tourné. Cependant, nous avons montré dans le chapitre 3, que les grains de composantes Cube et Goss sont ceux qui présentent, dans la réalité, les taux de transformation les plus bas. Par conséquent, les énergies mécaniques maximales reçues par les variantes des grains de composantes Cuivre et Laiton tourné, ce qui n'est pas le cas dans ces simulations. Pour conclure, les déformations de transformation déduites de la théorie phénoménologique ne semblent pas être adaptées à la transformation martensitique de l'acier AISI 304 puisqu'elles conduisent à une transformation importante dans les composantes Cube et Goss, ce qui va à l'encontre des observations expérimentales.

### 4.3.3. Modélisation de la sélection utilisant l'approche de Kelly

Les calculs effectués par Kelly en utilisant la théorie phénoménologique de Bowles et Mackenzie (Voir § 4.2.2) sont conformes aux observations réalisées par celui-ci pour ce qui concerne la prévision du plan d'habitat et les relations d'orientation. Ces résultats valident selon Kelly la déformation de transformation ainsi que la relation d'orientation entre la variante martensitique associée et la phase austénitique obtenues dans ce cadre. Par ailleurs, l'analyse locale de la transformation montre que les variantes  $\alpha$ ' se développent dans des bandes de glissement parallèles à des plans  $\{111\}_{\gamma}$  spécifiques du grain d'austénite. On peut alors considérer qu'un platelet de martensite se développe dans une bande de glissement à condition que la déformation de transformation soit facilitée par le champ de contrainte appliquée.

La modélisation de la sélection des variantes que nous avons mise en œuvre comprend une étape de détermination des bandes de glissement produite par la déformation plastique. La seconde étape consiste à déterminer dans les bandes de glissement les variantes de martensite associées au travail mécanique le plus important.

#### Détermination des bandes de glissement :

Dans l'austénite, les bandes glissement qui sont le résultat d'un glissement plastique réalisé sur des systèmes de glissement de type  $\{111\}_{\gamma} < 11-2>_{\gamma}$ , sont parallèles à des plans  $\{111\}_{\gamma}$ . Dans nos simulations, nous calculons les systèmes de glissement les plus actifs et donc les bandes de glissement les plus probables dans lesquelles, en accord avec les observations, les platelets de martensite se développent.

#### Sélection des variantes de martensite $\alpha$ ':

Les différents examens réalisés montrent que les variantes observées au sein des bandes de glissement présentent un plan d'habitat  $(-1-12)_{\gamma}$  perpendiculaire, en général, au plan  $(111)_{\gamma}$  définissant une bande de glissement. Dans les modélisations que nous avons effectuées, nous considérons que seules les variantes ayant ces caractéristiques peuvent se développer. Par ailleurs, dans les simulations que nous présentons, nous avons supposé que les variantes sont

# sélectionnées dès que le travail mécanique $\Gamma^{I} = \frac{1}{2}\sigma : \varepsilon^{trI}$ est positif (x=0).

L'algorithme suivant concrétise les spécificités décrites au-dessus et a conduit au programme de simulation que nous avons mis en œuvre :

 $l^{ere}$  étape : détermination des bandes de glissement et des plans  $\{111\}_{\gamma}$  caractéristiques.

Pour chaque grain d'austénite :

- Calcul de chaque tenseur de Schmid symétrisé S<sup>g</sup> associé aux 12 systèmes de glissement  $\gamma$  {111} <11-2> conduisant à la formation d'une bande de glissement par la relation S<sup>g</sup>=1/2.(M<sub>i</sub>N<sub>j</sub>+M<sub>j</sub>N<sub>i</sub>) où M={111}<sub>\gamma</sub> et N=<11-2><sub>\gamma</sub>.
- Calcul de chaque cission résolue  $t^g = \sigma : S^g$ .
- Recherche de la cission maximale t<sub>max</sub>.
- Sélection des plans  $\{111\}\gamma$  pour lesquels t<sup>g</sup> est supérieure à 0.9\*t<sub>max</sub>.

 $2^{\acute{e}me}$  étape : sélection des variantes  $\alpha$ '.

- Détermination des variantes de martensite  $\alpha$ ' pour lesquelles les plans d'habitat  $\{-1-12\}$  sont perpendiculaires aux plans  $\{111\}$  sélectionnés dans l'étape 1.
- Calcul de chaque tenseur de déformation  $\varepsilon^{trI}$  associé aux variantes présélectionnées.
- Calcul de l'énergie mécanique  $\Gamma^{I}$  pour les variantes présélectionnées.
- Sélection des variantes recevant une énergie mécanique positive.
- Calcul des orientations  $g^{\alpha'}$  de chaque variante.

Pour ces calculs, on utilise les valeurs données au paragraphe 4.2.2 : le plan d'habitat et la direction de glissement sont ;  $\vec{n} = (-1-12)$ ,  $\vec{m} = [-0.81, 0.47, 0.34]$  et s=0.212.

Les opérations de symétrie cubique permettent de déterminer les équivalents par symétrie pour chacune des 24 variantes.

# 4.3.3.1. Simulation de la sélection de variantes dans chaque composante de texture austénitique.

#### Simulation de la sélection dans les composantes Cube et Goss

La liste des variantes de martensite et des valeurs énergétiques correspondantes est donnée dans le tableau 4.5 pour les composantes Cube et Goss. Le modèle prédit que les quatre plans  $\{111\}_{\gamma}$  sont activés, et parmi les 24 variantes de martensite  $\alpha$ ' potentielles, 16 variantes  $\alpha$ ' ont une énergie mécanique positive (4 variantes par plan  $\{111\}_{\gamma}$ ). En comparant ce tableau et le tableau 4.2, on remarque que les valeurs énergétiques des variantes  $\alpha$ ' sont ici majoritairement proches de la valeur maximale mais globalement moins importantes que celles calculées avec les variantes déduites de la théorie phénoménologique classique. On peut d'ailleurs voir que le critère de sélection x peut être augmenté de 0 à 0.8 sans que la sélection de variantes  $\alpha$ ' ne soit modifiée. Elle est donc, dans ces deux composantes, moins sévère que précédemment.

Nous pouvons voir, sur les figures 4.19, que la simulation de la texture de la martensite avec sélection des variantes (figures 4.19 a et b) est en bon accord avec la texture expérimentale pour la composante Cube de l'austénite (figure 4.19 c). La simulation prévoit l'absence de la composante de martensite (0,45,0) visualisée par des points sur la figure (100) (figure 4.20d). La texture simulée de la martensite (figure 4.20a et b), se développant dans la composante Goss, est également réaliste et reproduit l'absence de la composante (0,0,0) (visualisée par des points sur la figure (100), figure 4.20d) de la martensite (figure 4.20 c). Pour ces 2 composantes la texture martensitique ne présente pas de différence notable entre les simulations effectuées dans ce cadre et celles effectuées avec les valeurs fournies par la théorie phénoménologique classique (figure 4.13 et 4.14).

#### Simulation de la sélection dans la composante Laiton tourné

Le tableau 4.6 donne la liste des variantes de martensite sélectionnées par le modèle pour cette composante. Ici, trois plans  $\{111\}_{\gamma}$  ont été activés. Parmi les 18 variantes de martensite  $\alpha'$  potentielles (6 par plan  $\{111\}_{\gamma}$ ), seules 12 variantes de martensite (4 variantes par plan  $\{111\}_{\gamma}$ ) sont sélectionnées. On remarque que les valeurs maximales des énergies mécaniques reçues par les variantes sélectionnées sont légèrement supérieures à celles sélectionnées dans les grains de composante Cube et Goss (tableau 4.5). Ce qui indique ici que la composante Laiton tourné est, d'après nos hypothèses de sélection, mieux orienté pour transformer que les composantes Cube et Goss.

La texture de la martensite  $\alpha$ ' dans la composante Laiton tourné (figure 4.21a,b) est en meilleur accord à la fois en intensités et en positions avec la texture de martensite expérimentale (figure 4.21c) que dans le cas de la simulation présentée au paragraphe 4.3.2.

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}$ C

Plan (111)	Activation plan	F	lan d'habita	at	Direct	Direction de glissement			Activation
		-4.08E-01	-4.08E-01	8.17E-01	-8.13E-01	4.71E-01	3.42E-01	3.5052361	OUI
		4.08E-01	-8.17E-01	4.08E-01	8.13E-01	-3.42E-01	-4.71E-01	3.5052361	OUI
111	0111	8.17E-01	-4.08E-01	-4.08E-01	3.42E-01	-8.13E-01	4.71E-01	3.0292138	OUI
	001	-4.08E-01	8.17E-01	-4.08E-01	4.71E-01	3.42E-01	-8.13E-01	-2.0339028	8
		-8.17E-01	4.08E-01	4.08E-01	-3.42E-01	-4.71E-01	8.13E-01	3.0292138	OUI
		4.08E-01	4.08E-01	-8.17E-01	-4.71E-01	8.13E-01	-3.42E-01	-2.0339028	8
		4.08E-01	-4.08E-01	8.17E-01	-4.71E-01	-8.13E-01	3.42E-01	-2.0339028	8
		-4.08E-01	-8.17E-01	4.08E-01	4.71E-01	-3.42E-01	8.13E-01	-2.0339028	8
	ουι	8.17E-01	4.08E-01	4.08E-01	3.42E-01	8.13E-01	-4.71E-01	3.0292138	OUI
-111		4.08E-01	8.17E-01	-4.08E-01	8.13E-01	3.42E-01	4.71E-01	3.5052361	OUI
		-8.17E-01	-4.08E-01	-4.08E-01	-3.42E-01	4.71E-01	-8.13E-01	3.0292138	OUI
		-4.08E-01	4.08E-01	-8.17E-01	-8.13E-01	-4.71E-01	-3.42E-01	3.5052361	OUI
	ουι	4.08E-01	4.08E-01	8.17E-01	8.13E-01	-4.71E-01	3.42E-01	3.5052361	OUI
		4.08E-01	-8.17E-01	-4.08E-01	-4.71E-01	-3.42E-01	-8.13E-01	-2.0339028	8
44.4		8.17E-01	-4.08E-01	4.08E-01	3.42E-01	4.71E-01	8.13E-01	3.0292138	OUI
11-1		-4.08E-01	8.17E-01	4.08E-01	-8.13E-01	3.42E-01	-4.71E-01	3.5052361	OUI
		-8.17E-01	4.08E-01	-4.08E-01	-3.42E-01	8.13E-01	4.71E-01	3.0292138	OUI
		-4.08E-01	-4.08E-01	-8.17E-01	4.71E-01	-8.13E-01	-3.42E-01	-2.0339028	8
		-4.08E-01	4.08E-01	8.17E-01	4.71E-01	8.13E-01	3.42E-01	-2.0339028	8
		-4.08E-01	-8.17E-01	-4.08E-01	-8.13E-01	-3.42E-01	4.71E-01	3.5052361	OUI
1 1 1	0.11	8.17E-01	4.08E-01	-4.08E-01	3.42E-01	-4.71E-01	-8.13E-01	3.0292138	OUI
1-11	001	4.08E-01	8.17E-01	4.08E-01	-4.71E-01	3.42E-01	8.13E-01	-2.0339028	8
		-8.17E-01	-4.08E-01	4.08E-01	-3.42E-01	-8.13E-01	-4.71E-01	3.0292138	OUI
		4.08E-01	-4.08E-01	-8.17E-01	8.13E-01	4.71E-01	-3.42E-01	3.5052361	OUI

Tableau 4.5- Tableau récapitulatif des énergies mécaniques pour les variantes α' de Kelly présélectionnées par un plan {111} dans les grains d'orientation (0,0,0) CUBE et (0,45,0) GOSS.



Figure 4.19 - Figures de pôles relatives à la texture martensitique formée dans la composante Cube en suivant l'approche de Kelly.

- a) Texture α' simulée avec sélection de variantes dans un grain d'orientation (0,0,0)
- b) Texture α' simulée sur 100 grains austénitiques de composante Cube.
- c) Texture α' expérimentale formée dans ces grains.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes à partir de la relation d'orientation de KS.

Niveau : 1, 2, 3, 4, 5, 6

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 



Figure 4.20 - Figures de pôles relatives à la Texture martensitique formée dans la composante Goss en suivant l'approche de Kelly.

- a) Texture α' simulée avec sélection de variantes dans un grain d'orientation (0,45,0)
- b) Texture α' simulée sur 88 grains austénitiques de composante Goss.
- c) Texture a' expérimentale formée dans ces grains.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes simulée à partir de la relation d'orientation de KS.

Plan (111)	Activation plan	F	lan d'habita	ıt	Direct	ion de gliss	Energie Meca.	Activation	
		-4.08E-01	-4.08E-01	8.17E-01	-8.13E-01	4.71E-01	3.42E-01	-2.59728	8
111		4.08E-01	-8.17E-01	4.08E-01	8.13E-01	-3.42E-01	-4.71E-01	3.854687	OUI
	0111	8.17E-01	-4.08E-01	-4.08E-01	3.42E-01	-8.13E-01	4.71E-01	4.552837	OUI
	001	-4.08E-01	8.17E-01	-4.08E-01	4.71E-01	3.42E-01	-8.13E-01	3.853525	OUI
		-8.17E-01	4.08E-01	4.08E-01	-3.42E-01	-4.71E-01	8.13E-01	-2.59739	8
		4.08E-01	4.08E-01	-8.17E-01	-4.71E-01	8.13E-01	-3.42E-01	4.551782	OUI
		4.08E-01	-4.08E-01	8.17E-01	-4.71E-01	-8.13E-01	3.42E-01	3.853786	OUI
-111		-4.08E-01	-8.17E-01	4.08E-01	4.71E-01	-3.42E-01	8.13E-01	4.551943	OUI
	OUI	8.17E-01	4.08E-01	4.08E-01	3.42E-01	8.13E-01	-4.71E-01	-2.59712	8
		4.08E-01	8.17E-01	-4.08E-01	8.13E-01	3.42E-01	4.71E-01	-2.59712	8
		-8.17E-01	-4.08E-01	-4.08E-01	-3.42E-01	4.71E-01	-8.13E-01	4.551943	OUI
		-4.08E-01	4.08E-01	-8.17E-01	-8.13E-01	-4.71E-01	-3.42E-01	3.853786	OUI
		4.08E-01	4.08E-01	8.17E-01	8.13E-01	-4.71E-01	3.42E-01	4.551782	OUI
		4.08E-01	-8.17E-01	-4.08E-01	-4.71E-01	-3.42E-01	-8.13E-01	-2.59739	8
44.4	0111	8.17E-01	-4.08E-01	4.08E-01	3.42E-01	4.71E-01	8.13E-01	3.853525	OUI
11-1	001	-4.08E-01	8.17E-01	4.08E-01	-8.13E-01	3.42E-01	-4.71E-01	4.552837	OUI
		-8.17E-01	4.08E-01	-4.08E-01	-3.42E-01	8.13E-01	4.71E-01	3.854687	OUI
		-4.08E-01	-4.08E-01	-8.17E-01	4.71E-01	-8.13E-01	-3.42E-01	-2.59728	8
		-4.08E-01	4.08E-01	8.17E-01	4.71E-01	8.13E-01	3.42E-01	8	8
1-11		-4.08E-01	-8.17E-01	-4.08E-01	-8.13E-01	-3.42E-01	4.71E-01	$\otimes$	8
	$\otimes$	8.17E-01	4.08E-01	-4.08E-01	3.42E-01	-4.71E-01	-8.13E-01	8	8
	$\otimes$	4.08E-01	8.17E-01	4.08E-01	-4.71E-01	3.42E-01	8.13E-01	8	8
		-8.17E-01	-4.08E-01	4.08E-01	-3.42E-01	-8.13E-01	-4.71E-01	8	8
		4.08E-01	-4.08E-01	-8.17E-01	8.13E-01	4.71E-01	-3.42E-01	8	8

Tableau 4.6- Tableau récapitulatif des énergies mécaniques pour les variantes α' de Kelly dans un grain d'orientation (35.26,90,45) Laiton tourné.

Niveau : 1,2,3,4,5,6
Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 



Figure 4.21 - Figures de pôles relatives à la texture martensitique formée dans la composante Laiton tourné en suivant l'approche de Kelly.

- a) Texture α' simulée avec sélection de variantes dans l'orientation stricte (35.26,90,45)
- b) Texture α' simulée sur 500 grains austénitiques de composante Laiton tourné.
- c) Texture α' expérimentale formée dans ces grains austénitiques.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes à partir de la relation d'orientation de KS.

Niveau : 1,2,3,4,5,6

#### 4.3.3.2. Simulation de la sélection de variantes sur un agrégat de 2888 grains représentatif de la texture initiale austénitique de L'AISI 304

La figure 4.22 présente la texture simulée sur l'agrégat de 2888 grains représentatifs de la texture initiale austénitique de l'acier AISI 304. La comparaison de cette dernière avec la texture expérimentale de l'échantillon T-60 20% (figure 4.4) révèle une amélioration sensible par rapport à la texture simulée partant des résultats de la théorie phénoménologique classique (figure 4.16). On constate en particulier que la localisation et les intensités des pôles correspondent assez bien avec les résultats expérimentaux. Avec x=0 dans ce cas, la transformation de tous les grains est assurée, puisque au moins une variante par grain présente une énergie mécanique positive. Nous ne pouvons pas dire, à partir de ces simulations, si la déformation de transformation calculée par Kelly rétabli l'équilibre des transformations dans les grains. Toutefois, une simulation que nous ne présentons pas ici, utilisant la même valeur de x que celle utilisée pour la théorie phénoménologique (x=0.8), conduit à ce que la quasitotalité des grains soit transformée. Toutefois, la texture martensitique simulée est plus proche de l'expérience avec une valeur x=0. Dans une seconde simulation, la sélection de variantes a été réalisée sans présélection des plans  $\{111\}_{\gamma}$  et x=0, la simulation conduit, dans ce cas, à une texture  $\alpha$ ' très éloignée de la texture expérimentale. En conclusion, les résultats de ces simulations montrent que les déformations de transformation de Kelly, déterminant les variantes de martensite, permettent de simuler de façon satisfaisante les textures

martensitiques de l'acier AISI 304 si une sélection des plans  $\{111\}_{\gamma}$  sur lesquelles germent les platelets de martensite est préalablement réalisée et en tenant compte des apports d'énergie mécanique positifs.



Figure 4.22 – figures de pôles et section de la F.D.O. à φ<sub>2</sub>=45° relatives à la texture martensitique simulée à partir des résultats de Kelly sur l'agrégat polycristallin représentatif de la texture austénitique initiale de l'acier 304.

Niveau: 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3

## 4.3.4. Modélisation en deux étapes de la transformation $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$

Dans le paragraphe 4.2.3, nous avons décrit un processus de la transformation  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha'$  en deux étapes. Initialement, la structure CFC de l'austénite se transforme en martensite  $\epsilon$  de structure hexagonale. Les variantes de martensites  $\epsilon$  formées sont alors considérées instables et se transforment aussitôt en martensite  $\alpha'$  de structure CC.

De ce fait, les simulations que nous avons conduites comportent deux stades :

- 1) Dans un premier temps, la transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  est considérée. Les 3x4 déformations  $\varepsilon^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$  (tableau 4.7) conduisant aux 4 variantes potentielles de martensite  $\varepsilon$  sont calculées. Les quantités du tableau 4.7 sont obtenues à partir des relations 4.10 et 4.11 par les opérations de symétrie cubique. Comme pour les autres simulations, nous avons considéré que les variantes sélectionnées étaient favorisées dès que le travail mécanique  $\Gamma^{I} = \frac{1}{2} \sigma : \varepsilon^{\gamma \rightarrow \varepsilon}$  dépassait un certain seuil.
- 2) Après la sélection des variantes de martensite  $\varepsilon$  supposées instables, on détermine les déformations de transformation  $\varepsilon^{\varepsilon \to \alpha'}$  permettant de passer de la phase  $\varepsilon$  intermédiaire aux 6 variantes potentielles de martensite  $\alpha'$  (tableau 4.8). Ces valeurs sont déterminées à partir de l'expression 4.14 pour la déformation de transformation et de l'expression 4.12 pour la relation d'orientation en utilisant cette fois-ci les éléments de symétrie hexagonale. Comme dans la première étape, nous avons supposé que les variantes  $\alpha'$  qui se développent sont favorisées dès que l'énergie mécanique potentielle  $\Gamma^{I} = \frac{1}{2} \sigma : \varepsilon^{\varepsilon \to \alpha'}$  correspondante est supérieure à un seuil défini.

L'organisation des calculs est la suivante pour chaque grain d'austénite parent :

 $1^{ere}$  étape : sélection des variantes  $\varepsilon$ .

- Calcul de l'énergie  $\Gamma^{\varepsilon} = \frac{1}{2}\sigma : \varepsilon^{\gamma \to \varepsilon}$  pour les 12 tenseurs  $\varepsilon^{\gamma \to \varepsilon}$  (tableau 4.7).
- Recherche de l'énergie maximale  $\Gamma^{\epsilon}_{max}$  dans chaque grain.
- Sélection des variantes de martensite  $\varepsilon$  pour lesquelles  $\Gamma^{\varepsilon} > 0.9*\Gamma^{\varepsilon}_{max}$ .
- Calcul des orientations  $g^{\epsilon}$  des variantes de martensite  $\epsilon$  sélectionnées.

 $2^{\hat{e}me}$  étape : sélection des variantes  $\alpha'$ .

- Calcul des 6 tenseurs de déformation  $\varepsilon^{\varepsilon \to \alpha'}$  permettant de passer aux variantes  $\alpha'$ , pour chaque variante  $\varepsilon$  sélectionnée.
- Calcul de l'énergie mécanique potentielle  $\Gamma^{I} = \frac{1}{2}\sigma : \varepsilon^{\varepsilon \to \alpha'}$  correspondant à chacune des 6

variantes de martensite  $\alpha$ '.

- Sélection des variantes favorisées par une énergie mécanique positive.
- Calcul des orientations  $g^{\alpha'}$  de chaque variante sélectionnée.

Chapitre 4 – Analyse des modifications de texture et des mécanismes de transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  associés, de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}C$ 

	Plan et direction dans l'austénite	Plan et direction dans la martensite ε	Tenseur de Déformation 1	Tenseur de Déformation 2	Tenseur de Déformation 3
Variante $\epsilon_1$	$(111)_{\gamma}[10\overline{1}]_{\gamma}$ $(111)_{\gamma}[\overline{1}10]_{\gamma}$ $(111)_{\gamma}[0\overline{1}1]_{\gamma}$ $(\overline{1}\overline{1}\overline{1})_{\gamma}[10\overline{1}]_{\gamma}$ $(\overline{1}\overline{1}\overline{1})_{\gamma}[\overline{1}10]_{\gamma}$ $(\overline{1}\overline{1}\overline{1})_{\gamma}[\overline{1}10]_{\gamma}$	$(0002)_{\mathcal{E}} [2\overline{1}\ \overline{1}\ 0]_{\mathcal{E}}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & 2 & -1 \\ 2 & 2 & -1 \\ -1 & -1 & -4 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} -4 & -1 & -1 \\ -1 & 2 & 2 \\ -1 & 2 & 2 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & -1 & 2 \\ -1 & -4 & -1 \\ 2 & -1 & 2 \end{bmatrix}$
Variante ɛ2	$ \begin{array}{c} (\overline{1} 11)_{\gamma} [01 \overline{1}]_{\gamma} \\ (\overline{1} 11)_{\gamma} [\overline{1} \overline{1} 0]_{\gamma} \\ (\overline{1} 11)_{\gamma} [\overline{1} \overline{1} 0]_{\gamma} \\ (\overline{1} \overline{1} 1)_{\gamma} [01 \overline{1}]_{\gamma} \\ (1 \overline{1} \overline{1})_{\gamma} [01 \overline{1}]_{\gamma} \\ (1 \overline{1} \overline{1})_{\gamma} [\overline{1} \overline{1} 0]_{\gamma} \\ (1 \overline{1} \overline{1})_{\gamma} [101]_{\gamma} \end{array} $	$(0002)_{\mathcal{E}} [2\overline{1}\overline{1}0]_{\mathcal{E}}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & -2 & 1 \\ -2 & 2 & -1 \\ 1 & -1 & -4 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & 1 & -2 \\ 1 & -4 & -1 \\ -2 & -1 & 2 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} -4 & 1 & 1 \\ 1 & 2 & 2 \\ 1 & 2 & 2 \end{bmatrix}$
Variante ɛ <sub>3</sub>	$ \begin{array}{c} (\overline{1} \ \overline{1} \ 1)_{\gamma} [\overline{1} \ 0 \overline{1}]_{\gamma} \\ (\overline{1} \ \overline{1} \ 1)_{\gamma} [0 11]_{\gamma} \\ (\overline{1} \ \overline{1} \ 1)_{\gamma} [1 \ \overline{1} \ 0]_{\gamma} \\ (11 \ \overline{1} \ 1)_{\gamma} [\overline{1} \ 0 \ \overline{1}]_{\gamma} \\ (11 \ \overline{1} \ 1)_{\gamma} [\overline{1} \ 0 \ \overline{1}]_{\gamma} \\ (11 \ \overline{1} \ 1)_{\gamma} [0 1 \ \overline{1}]_{\gamma} \\ (11 \ \overline{1} \ 1)_{\gamma} [0 1 1]_{\gamma} \end{array} $	$(0002)_{\mathcal{E}} [2\overline{1}\overline{1}0]_{\mathcal{E}}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & 2 & 1 \\ 2 & 2 & 1 \\ 1 & 1 & -4 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & -1 & -2 \\ -1 & -4 & 1 \\ -2 & 1 & 2 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} -4 & -1 & 1 \\ -1 & 2 & -2 \\ 1 & -2 & 2 \end{bmatrix}$
Variant <sub>84</sub>	$(1\overline{1}1)_{\gamma}[0\overline{1}\overline{1}]_{\gamma}$ $(1\overline{1}1)_{\gamma}[110]_{\gamma}$ $(1\overline{1}1)_{\gamma}[\overline{1}01]_{\gamma}$ $(\overline{1}1\overline{1})_{\gamma}[0\overline{1}\overline{1}]_{\gamma}$ $(\overline{1}1\overline{1})_{\gamma}[010]_{\gamma}$ $(\overline{1}1\overline{1})_{\gamma}[110]_{\gamma}$	$(0002)_{\varepsilon} [2\overline{1}\overline{1}0]_{\varepsilon}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & -2 & -1 \\ -2 & 2 & 1 \\ -1 & 1 & -4 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} 2 & 1 & 2 \\ 1 & -4 & 1 \\ 2 & 1 & 2 \end{bmatrix}$	$\frac{1}{24} \begin{bmatrix} -4 & 1 & -1 \\ 1 & 2 & -2 \\ -1 & -2 & 2 \end{bmatrix}$

Tableau 4.7 – Les 4 variantes de martensite  $\varepsilon$  potentielles dans la transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  et les 3 déformations correspondantes exprimées dans le référentiel  $\gamma$ .

	Plan et direction	Plan et direction
	dans la martensite	dans la
	3	martensite $\alpha'$
Variant 1	$(0002)_{\mathcal{E}}[2\overline{1}\ \overline{1}\ 0]_{\mathcal{E}}$	$(011)_{\alpha'}[11\overline{1}]_{\alpha'}$
Variant 2	$(0002)_{\mathcal{E}}[11\overline{2}0]_{\mathcal{E}}$	$(011)_{\alpha'}[11\overline{1}]_{\alpha'}$
Variant 3	$(0002)_{\mathcal{E}}[\overline{1}2\overline{1}0]_{\mathcal{E}}$	$(011)_{\alpha'}[11\overline{1}]_{\alpha'}$
Variant 4	$(0002)_{\mathcal{E}}[\overline{2}110]_{\mathcal{E}}$	$(011)_{\alpha'}[11\overline{1}]_{\alpha'}$
Variant 5	$(0002)_{\varepsilon}[\overline{\overline{1}}\ \overline{\overline{1}}\ 20]_{\varepsilon}$	$(011)_{\alpha'}[1\overline{1}\overline{1}]_{\alpha'}$
Variant 6	$(0002)_{\mathcal{E}}[1\overline{2}10]_{\mathcal{E}}$	$(011)_{\alpha'}[11\overline{1}]_{\alpha'}$

Tableau 4.8 – Les 6 variantes  $\alpha$ ' potentielles de la transformation  $\epsilon \rightarrow \alpha$ '.

# 4.3.4.1. Simulation de la sélection de variantes dans chaque composante de texture austénitique

#### Simulation de la sélection dans les composantes Cube et Goss

Le tableau 4.9 liste les différentes variantes de martensite  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' sélectionnées pour les composantes Cube et Goss. On remarque que les quatre variantes de martensite  $\varepsilon$  ont été sélectionnées. Parmi les 24 variantes de martensite  $\alpha$ ' potentielles, 16 variantes  $\alpha$ ' ont été sélectionnées (4 par variante de martensite  $\varepsilon$  activée).

Les textures simulées de la martensite  $\alpha$ ' pour la composante austénitique Cube sont présentés sur la figure 4.23. On peut voir un bon accord entre les textures simulées (figure 4.23a et 4.23b) et expérimentale (figure 4.23c). La composante martensitique Goss (0,45,0) marquée par des points sur la figure 4.23d n'apparaît pas sur les figures de pôles (100) simulées. Si l'on considère la composante austénitique Goss (figure 4.24), le même constat peut être établi, la composante martensitique Cube (0,0,0) n'apparaît pas sur la figure de pôles (100) simulée figures 4.24a et 4.24b. La sélection de variantes dans ces deux composantes est qualitativement reproduite.

#### Simulation de la sélection dans la composante Laiton tourné.

Le tableau 4.10 liste les variantes de martensite  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' sélectionnées dans cette composante. 3 variantes de martensite  $\varepsilon$  ont été sélectionnées. Parmi les 18 variantes de martensite  $\alpha$ ' potentielle (6 par variante  $\varepsilon$ ), le modèle a sélectionné 4 variantes de martensite  $\alpha$ ' par variante de  $\varepsilon$ , soit 12 variantes de martensite  $\alpha$ '. La sélection de trois variantes de martensite  $\varepsilon$  est conforme aux observations expérimentales exposées dans le chapitre 3 pour cette composante de texture. La texture de la martensite simulée est proche de la texture expérimentale (figure 4.24).

# 4.3.4.2. Simulation de la sélection de variantes sur un agrégat de 2888 grains représentatif de la texture initiale austénitique de l'AISI 304

La texture martensitique simulée à partir de l'agrégat représentatif de la texture austénitique initiale de l'acier 304 (figure 4.26) présente les mêmes caractéristiques principales que la texture expérimentale (figure 4.4).

La comparaison de ces simulations avec celles effectuées suivant l'approche de Kelly montre que les résultats obtenus dans les deux cas sont très proches. En effet si l'on compare les orientations des variantes de martensite sélectionnées par les deux modèles, nous constatons que ces orientations sont les mêmes dans les deux cas, ainsi les textures de martensite sur les orientations strictes (par exemple figure 4.19a,b et figure 4.23a,b) sont quasiment identiques, alors que les textures simulées sur l'agrégat de 2888 grains (figure 4.22 et figure 4.26) ne différent que très peu en terme de densités de pôles.

Variante ε	Energie Meca. Γ <sup>ε</sup>	<b>Activation</b> ε	Energie Meca. Γ <sup>α'</sup>		Activation
	8.33		1	-3.08	$\otimes$
		ουι	2	-3.08	$\otimes$
Variante	8.33		3	1.81	ουι
ε1 (111) <sub>γ</sub> //(0002) <sub>ε</sub>			4	2.36	ουι
	40.07		5	1.81	ουι
	-10.07		6	2.36	ουι
	8.33	ουι	7	2.36	ουι
			8	2.36	ουι
Variante ε2	8 33		9	1.81	ουι
(-111) <sub>γ</sub> //(0002) <sub>ε</sub>	0.55		10	-3.08	$\otimes$
	-16.67		11	1.81	ουι
			12	-3.08	$\otimes$
	8.33	ουι	13	-3.08	$\otimes$
			14	2.36	ουι
Variante	8.33		15	1.81	ουι
(11-1) <sub>γ</sub> //(0002) <sub>ε</sub>			16	-3.08	$\otimes$
	-16.67		17	1.81	OUI
			18	2.36	ουι
	8.33	ουι	19	2.36	OUI
			20	-3.08	$\otimes$
Variante	8.33		21	1.81	OUI
ε <del>4</del> (1-11) <sub>γ</sub> //(0002) <sub>ε</sub>			22	2.36	OUI
	-16.67		23	1.81	OUI
			24	-3.08	$\otimes$

Tableau 4.9- Tableau récapitulatif des énergies mécaniques pour les variantes  $\varepsilon$  et  $\alpha$ ' dans un grain d'orientation (0,0,0) Cube.



Figure 4.23 - Figures de pôles relatives à la texture martensitique formée dans la composante Cube par la double transformation  $\gamma \rightarrow \epsilon \rightarrow \alpha^{2}$ .

- a) Texture α' simulée avec sélection de variantes dans un grain d'orientation (0,0,0)
- b) Texture α' simulée sur 100 grains austénitiques de composante Cube.
- c) Texture α' expérimentale formée dans ces grains.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes à partir de la relation d'orientation de KS.

Niveau : 1,2,3,4,5,6



Figure 4.24 - Figures de pôles relatives à la Texture martensitique formée dans la composante Goss par la double transformation γ→ε→α'.

- a) Texture α' simulée avec sélection de variantes dans un grain d'orientation (0,45,0)
- b) Texture α' simulée sur 100 grains austénitiques de composante Goss.
- c) Texture α' expérimentale formée dans ces grains.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes à partir de la relation d'orientation de KS.

Niveau : 1,2,3,4,5,6

Variante ε	Energie Meca. Г <sup>€</sup>	<b>Activation</b> ε	Energie Meca. $\Gamma^{\alpha'}$		Activation
	-5.55	ουι	1	3.51	OUI
			2	2.78	OUI
Variante 1	11.11		3	-3.74	$\otimes$
(111) <sub>γ</sub> //(0002) <sub>ε</sub>			4	2.78	OUI
	-5.55		5	3.51	OUI
			6	-3.74	$\otimes$
	11 11		7	2.78	OUI
			8	-3.74	$\otimes$
Variante	-5.55	ουι	9	3.51	OUI
(-111) <sub>γ</sub> //(0002) <sub>ε</sub>			10	3.51	OUI
	-5.55		11	-3.74	8
			12	2.78	OUI
	-5.55	OUI	13	-3.74	$\otimes$
			14	3.51	OUI
Variante	-5.55		15	2.78	Ουι
ε3 (11-1) <sub>γ</sub> //(0002) <sub>ε</sub>			16	-3.74	$\otimes$
	11.11		17	2.78	OUI
			18	3.51	OUI
	0	8	19	$\otimes$	$\otimes$
Marianta			20	$\otimes$	$\otimes$
variante ɛ4			21	$\otimes$	⊗
(1-11) <sub>γ</sub> //(0002) <sub>ε</sub>			22	$\otimes$	$\otimes$
	0		23	$\otimes$	$\otimes$
			24	$\otimes$	$\otimes$

Tableau 4.10- Tableau récapitulatif des énergies mécaniques pour les variantes α' et ε pour un grain d'orientation (35.26,90,45) Laiton tourné.



Figure 4.25 - Figures de pôles relatives à la texture martensitique formée dans la composante Laiton tourné par la double transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha$ '.

- a) Texture α' simulée avec sélection de variantes dans un grain d'orientation (35.26,90,45)
- b) Texture α' simulée sur 500 grains austénitiques de composante Laiton tourné.
- c) Texture a' expérimentale formée dans ces grains.
- d) Texture α' simulée sans sélection de variantes simulée à partir de la relation d'orientation de KS.

Niveau : 1, 2, 3, 4, 5, 6



Figure 4.26 – Texture martensitique simulée par la double transformation γ→ε→α' sur l'agrégat polycristallin représentatif de la texture austénitique initiale de l'acier 304. *Niveau : 0.5, 1, 1.5, 2, 2.5, 3* 

# **CONCLUSION**

Dans ce chapitre, nous avons montré en examinant les résultats expérimentaux que la texture martensitique  $\alpha'$  est le résultat d'une sélection de variantes variable d'une composante de texture à l'autre. Ceci indique que les mécanismes mis en jeu dans la transformation sont sensibles à l'orientation par rapport à la contrainte appliquée. Nous avons établi que les composantes Cube et Goss se transforment avec une forte sélection de variantes  $\alpha'$  tandis que les composantes Laiton tourné et Cuivre subissent une sélection de variantes  $\alpha'$  moins marquée. Des simulations de la texture  $\alpha'$  avec sélection de variantes ont été réalisées pour chaque composante de texture austénitique et dans un agrégat polycristallin représentatif de la texture austénitique initiale. Ces simulations sont basées sur trois mécanismes différents de déformation de transformation :

1) Soit la déformation est calculée par la théorie phénomènologique classique pour une transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ 'directe.

2) Soit la déformation est calculée dans le cadre d'une adaptation de la théorie phénoménologique permettant de rendre compte des observations macrographiques et du rôle des bandes de cisaillement dues à la déformation plastique.

3) Soit la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  est le résultat de deux déformations successives. La première conduisant à des variantes  $\varepsilon$  et la seconde traduisant le passage de la martensite  $\varepsilon$  à  $\alpha'$ .

Nous avons montré à partir de ces simulations que la sélection de variantes est principalement conduite par la contrainte macroscopique. Ensuite parmi les trois types de simulations effectuées, il semble que les meilleures simulations soient celles qui tiennent compte de la phase martensitique  $\varepsilon$  intermédiaire ou des bandes de glissement. En effet lorsque la sélection de variantes passe par une présélection forte des variantes de martensite  $\varepsilon$  dans le cas 3) ou des plans  $\{111\}_{\gamma}$  dans le cas 2), les textures martensitiques  $\alpha$ ' simulées sur l'agrégat polycristallin semblent reproduire qualitativement les textures expérimentales de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}$ C. Les simulations utilisant les résultats de la théorie phénoménologique classique semblent effectuer correctement la sélection de variantes dans chaque composante de texture lorsqu'elles sont prises individuellement. Cependant, les énergies mécaniques reçues par les variantes de martensite dans les composantes Cube et Goss sont très importantes et favorisent la transformation pour les grains de ces composantes.

D'autre part, nous avons vu que la sélection de variantes dans le cas 2), prenant en compte la présence des bandes de glissement donne des résultats très proches du modèle de sélection des variantes en deux étapes proposées par Humbert et al (cas 3)).

On peut expliquer la proximité de ces résultats en remarquant les faits suivants :

Dans un premier temps, on peut montrer que les variantes de martensite  $\varepsilon$  sélectionnées ici ont un plan basal parallèle aux plans {111} sélectionnés dans les simulations utilisant les variantes de martensite  $\alpha$ ' de Kelly. En effet la présélection d'un plan {111} dans le cas de Kelly dépend du facteur de Schmid calculé par la relation :

$$S^{g} = \frac{1}{2} (m_{i}n_{j} + m_{j}n_{i})$$
 avec m={111} et n=<11-2>

La sélection d'une variante de martensite  $\epsilon$  dépend du tenseur de déformation 4.10, que l'on peut exprimer sous la forme :

$$\varepsilon^{\gamma \to \alpha'} = \frac{1}{2} \cdot \frac{\sqrt{2}}{4} \cdot (m_i n_j + m_j n_i) \text{ avec m} = \{111\} \text{ et n} = <11-2>$$

On montre donc ici que le tenseur de Schmid et le tenseur de déformation de transformation sont directement proportionnels. Ainsi, la sélection d'un plan  $\{111\}_{\gamma}$  dans le premier cas correspond dans le second cas au plan  $\{111\}_{\gamma}$  parallèle au plan basal  $(0002)_{\varepsilon}$  de la variante de martensite  $\varepsilon$ . En examinant les relations d'orientations utilisées dans les deux théories (expressions 4.1 pour Humbert et expression 4.6 pour Kelly), on peut voir que dans les deux cas la direction  $<111>_{\gamma}$  est parallèle à la direction  $<1-10>_{\alpha}$ . La présélection des 6 variantes de martensite est donc la même dans les deux cas.

A partir d'un plan  $\{111\}_{\gamma}$  dans le cas des variantes de Kelly ou d'une variante de martensite  $\varepsilon$  de plan basal  $(0002)_{\varepsilon}$ , on peut montrer que les 6 tenseurs de déformation  $\varepsilon^{trl}$  dans le cas des variantes de Kelly sont très proches des 6 tenseurs de déformation  $\varepsilon^{\varepsilon \to \alpha'}$  exprimés dans le repère austénitique. Par conséquent, la sélection des variantes  $\alpha'$  est donc très proche dans les deux cas.

Dans les modèles utilisés dans ce chapitre, le critère de sélection x a été estimé par une méthode d'erreurs et d'essais. Le critère choisi dans chaque cas, est celui conduisant à la sélection de variantes la plus réaliste. Cependant, nous ne montrons ici qu'une approche très qualitative de la sélection de variantes et des textures martensitiques. Il est alors nécessaire de redéfinir ce critère en lui donnant une signification physique. Par exemple, il est possible de décrire l'interaction forte qui existe entre les bandes de glissement (ou plus généralement la déformation plastique) et la transformation de phase. Une autre hypothèse forte faite dans ces modèles, permet d'expliquer que l'on approche que qualitativement les textures martensitiques expérimentales : les grains austénitiques se transforment totalement en martensite. Puisque dans la réalité chaque grain suit une cinétique de transformation différente, il est nécessaire de donner une loi d'évolution de la fraction volumique de chaque variante en fonction de la déformation. Ce travail est réalisé dans les chapitres suivants où nous utilisons et formulons un modèle micromécanique permettant de simuler à la fois le comportement mécanique, la cinétique de transformation et les évolutions de textures des aciers à effet TRIP.

# **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

[Bai24]	E.C. Bain - Trans. AIME 70, 25, (1924)
[Bow54]	J.S. Bowles and J.K. Mackenzie - Acta met. 2, 129, (1954)
[Bow62]	J.S. Bowles and J.K. Mackenzie - Acta met. 10, 625, (1962)
[Cin58]	B. Cina - Acta Met. 6, 748, (1958)
[Das62]	J. Dash and H.M. Otte - Acta. Met. 11, 1169, (1962)
[Hum06]	M. Humbert, N. Gey, B. Petit – Analysis of the $\gamma$ - $\epsilon$ - $\alpha$ ' variant selection induced by 10% plastic deformation in 304 stainless steel at –60°C Material science and Engineering A 454-455 (2007) 508_517.
[Kel65]	P.M. Kelly - The martensitic transformation in steels with low stacking fault energy - Acta. Met. <b>13</b> , 635, (1965)
[Kur30]	G.kurdjumov and G. Sachs - Z. physic 64, 325, (1930)
[Lag64]	R. Lagneborg - Acta Met. 12, 823, 1964
[Nis78]	Z. Nishiyama - Martensitic transformation-Book-Material science series (1978).
[Ven62]	J. A. Venables - The martensite transformation in stainless steel - Phil. Mag. 7, 35, (1962)
[Way64]	C.M. Wayman - Introduction to the crystallography of martensitic transformations - Macmillian series in material science (1964)
[Wec53]	M.S. Wechsler , D.S. Lieberman and T.A. Read - On the theory of the formation of martensite - Trans. AIME <b>197</b> 1503 (1953)

# - CHAPITRE 5 -

Modélisation du comportement mécanique, de la cinétique de transformation et des évolutions de texture des phases de l'acier AISI 304.

cription du modèle micro-mécanique	158
Cadre du modèle	
Etude cinématique du cristal d'austénite	
La plasticité cristalline	161
La transformation martensitique	163
Equations cinématiques	164
Etude thermodynamique	
Enthalpie libre de Gibbs	165
Variation d'enthalpie libre de Gibbs	166
Puissance des efforts extérieurs	168
Dissipation intrinsèque du système	169
Forces thermodynamiques ou force motrices	170
Forces critiques	171
Loi d'évolution des variables internes	172
Passage au polycristal	
Transition d'échelle : la méthode autocohérente	173
Modélisation des évolutions de texture	176
Le programme CRYSTRIP	
ulation du comportement mécanique et des évolutions de texture	
1 <sup>ère</sup> simulation	
Identification des paramètres du modèle	
Courbes de traction et cinétiques de transformation	
Textures austénitiques simulées	183
2 <sup>ème</sup> simulation	
Identification des paramètres du modèle	
Courbes de traction et Cinétique de transformation	
Textures austénitiques simulées	
Texture martensitique	
	cription du modèle micro-mécanique

Chapitre 5 – Modélisation du comportement mécanique, de la cinétique de transformation et des évolutions de texture des phases de l'acier AISI 304

## **INTRODUCTION**

Nous proposons dans ce chapitre de tester les capacités de prédiction d'un modèle micromécanique intégrant la plasticité de transformation formulé par Cherkaoui et al[Che98]. La première partie du chapitre est consacrée à la présentation du modèle. Nous décrivons les équations consécutives du grain, puis présentons la méthode de transition d'échelle du grain vers le polycristal. Dans une deuxième partie, le modèle est utilisé pour simuler le comportement mécanique, la cinétique de transformation et les évolutions de texture austénitique de l'acier AISI 304 pour une température de sollicitation de  $-60^{\circ}$ C. Deux types de simulations seront proposées :

- Une première simulation où nous utilisons les déformations de transformation déduites de la théorie phénoménologique de WLR, basées sur un cisaillement complémentaire de type {101}<-101>.
- Une seconde simulation où nous utilisons les déformations de transformation proposées par Kelly, déduites de la théorie phénoménologique et basée sur un cisaillement complémentaire de type {111}<-1-12>.

# 5.1. Description du modèle micro-mécanique

Le modèle utilisé dans ces travaux a été publié en 1998 par Cherkaoui et al [Che98] puis perfectionné en 2000 [Che00] et 2003 [Kub03]. C'est un modèle thermodynamique à transition d'échelles mettant en compétition la plasticité cristalline par mouvement de dislocations et la transformation de phase martensitique. Il est formulé et implémenté pour simuler le comportement mécanique, la cinétique de transformation et les évolutions de textures des phases des aciers multiphasés, présentant une phase instable subissant une transformation de phase induite par la contrainte ou la déformation, et une phase stable où la plasticité cristalline est l'acteur unique de la déformation inélastique. Dans notre cas, nous essaierons de simuler le comportement d'un acier 100% austénitique. Nous ferons, par conséquent, abstraction dans ce modèle de la phase stable.

La première transition d'échelle est celle des variantes  $\alpha$ ' vers le grain austénitique. Elle permet d'obtenir les équations constitutives d'un cristal austénitique. A l'échelle du grain, la déformation de transformation est considérée comme un glissement cristallographique le long de plans d'habitat donnant naissance à 24 variantes de martensite. La plasticité cristalline est classiquement décrite par les systèmes de glissement. Une étude thermodynamique du système austénite-martensite permet d'obtenir les forces motrices agissant sur la plasticité et sur la transformation de phase. Le champ de contrainte du cristal austénitique, évoluant avec la germination des variantes de martensite, est évalué en introduisant le concept de frontières mobiles.

La seconde transition d'échelle est celle du grain vers le polycristal. Elle s'appuie sur la méthode autocohérente qui nous permet d'obtenir le comportement mécanique global du polycristal austénitique.

# 5.1.1. Cadre du modèle

La première étape du développement d'un modèle micromécanique est le choix d'un Volume Elémentaire Représentatif (VER) de la structure du matériau étudié. Nous choisirons comme VER un polycristal austénitique de volume  $V_T$ .

La configuration de départ que nous utilisons est celle d'un VER libre de contrainte et non transformé (figure 5.1).

La configuration courante est celle du VER soumis à un chargement thermomécanique de contrainte  $\Sigma$ , et de température T. Lors du chargement, quelques variantes de martensite se sont formées et quelques systèmes de glissement se sont activés (figure 5.2).

Chapitre 5 – Modélisation du comportement mécanique, de la cinétique de transformation et des évolutions de texture des phases de l'acier AISI 304



Figure 5.1 - Représentation du VER : configuration de base, polycristal 100% austénitique non plastifié.



Figure 5.2 - Représentation du VER : configuration courante, polycristal soumis à un chargement thermomécanique de contrainte  $\Sigma$  et de température T, partiellement transformé et plastifié.

### 5.1.2. Etude cinématique du cristal d'austénite

Nous considérons ici un monocristal d'austénite soumis à un champ de contrainte locale  $\sigma_{ij}(\mathbf{r})$  définit en tout point r du volume V du cristal. Ce champ de contrainte est relié en tout point à la déformation élastique  $\varepsilon_{kl}^{e}(r)$  par les constantes élastiques du matériau  $C_{ijkl}(r)$ .

$$\sigma_{ij}(r) = C_{ijkl}(r)\varepsilon_{kl}^{e}(r)$$
5.1

Si l'on fait l'hypothèse des petites perturbations, la déformation totale exprimée au point r est la somme des déformations élastique et inélastique  $\varepsilon^{in}(r)$ , que l'on peut écrire sous la forme :

$$\varepsilon_{ij}(r) = \varepsilon_{ij}^{e}(r) + \varepsilon_{ij}^{in}(r)$$
5.2

Dans le cas des aciers austénitiques instables, la déformation inélastique résulte de plusieurs mécanismes :

- La plasticité par mouvement de dislocations  $\epsilon^{P}(r)$ .
- La transformation martensitique  $\epsilon^{tr}(r)$ .
- La dilatation thermique  $\varepsilon^{th}(r)$ .

$$\varepsilon_{ij}^{in}(r) = \varepsilon_{ij}^{p}(r) + \varepsilon_{ij}^{tr}(r) + \varepsilon_{ij}^{th}(r)$$
5.3

La déformation thermique étant dans ces aciers très inférieure aux autres déformations, nous la négligerons dans la suite de ce travail.

Les grandeurs globales sur le grain sont obtenues par la moyenne sur le volume V du grain des grandeurs locales :

$$\overline{\sigma}_{ij} = \frac{1}{V} \int \sigma_{ij}(r) dV$$

$$\overline{\varepsilon}_{ij} = \frac{1}{V} \int \varepsilon_{ij}(r) dV$$
5.4

On supposera le tenseur élastique uniforme dans le grain, l'expression 5.1 peut donc être réécrite sous la forme :

$$\overline{\sigma}_{ij} = C_{ijkl} \overline{\varepsilon}_{kl}^{e}$$
 5.5

Le taux de déformation inélastique moyen  $\bar{\varepsilon}_{ij}^{in}$  peut être calculé en dérivant la moyenne sur le volume de l'expression 5.3. Cependant la formation de variantes de martensite à l'intérieur du grain austénitique implique une discontinuité de la déformation inélastique. Par conséquent, nous allons utiliser la dérivée temporelle d'une intégrale de volume d'une fonction  $\varphi(r)$  contenant des surfaces de discontinuité mobile S de vitesse  $\vec{w}$ , et de normale  $\vec{n}$ .

$$\frac{d}{dt} \left( \int \varphi(r) dV \right) = \int_{V} \dot{\varphi}(r) dV - \int_{S} [\varphi] w_k n_k dS$$
 5.6

où  $[\phi]$  est le saut de la fonction  $\phi$  à travers les surfaces de discontinuité.

En appliquant cette dérivée à la déformation inélastique moyenne  $\overline{\varepsilon}_{ii}^{in}$  dans le grain on obtient :

$$\dot{\overline{\varepsilon}}_{ij}^{in} = \frac{d}{dt} \left( \frac{1}{V} \int_{V} \varepsilon_{ij}^{in}(r) dV \right) = \frac{1}{V} \int_{V} \frac{\partial}{\partial t} (\varepsilon_{ij}^{in}(r)) dV - \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{V}} \int_{S} [\varepsilon_{ij}^{in}(r)]^{I} w_{k}^{I} n_{k}^{I} dS^{I}$$
 5.7

où  $[\varepsilon_{ij}^{in}(r)]^{I}$  est le saut de déformation inélastique à travers la surface S<sup>I</sup> séparant la phase austénitique et la variante de martensite I. w<sup>I</sup> et b<sup>I</sup> sont respectivement la vitesse et le vecteur normal à la surface S. N<sub>v</sub> est le nombre de variantes de martensite actives.

Nous considérons que la formation d'une plaquette de martensite est instantanée et irréversible. Ce qui implique que la déformation de transformation  $\epsilon^{tr}$  est indépendante par rapport au temps. L'équation 5.7 s'écrit alors :

$$\dot{\overline{\varepsilon}}_{ij}^{in} = \frac{1}{V} \int_{V} \frac{\partial}{\partial t} (\varepsilon_{ij}^{p}(r)) dV - \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{v}} \int_{S} [\varepsilon_{ij}^{in}(r)]^{I} w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS^{I}$$
5.8

De la même façon, nous pouvons calculer le taux de rotation inélastique :

$$\dot{\overline{\omega}}_{ij}^{in} = \frac{1}{V} \int_{V} \frac{\partial}{\partial t} (\omega_{ij}^{p}(r)) dV - \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{v}} \int_{S} [\omega_{ij}^{in}(r)]^{I} w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS^{I}$$
5.9

#### 5.1.2.1. La plasticité cristalline

La déformation plastique est calculée classiquement à partir du tenseur symétrique de Schmid. La déformation plastique est considérée comme un glissement macroscopique sur un plan et une direction (ce qui forme un système de glissement). Si l'on considère que  $\gamma^g$  est l'amplitude du glissement sur un plan de normale  $\vec{N}^g$  et une direction  $\vec{M}^g$ , le tenseur de déformation plastique  $\varepsilon^g$  est calculé selon l'expression :

$$\mathcal{E}_{ij}^{g} = \frac{1}{2} \gamma^{g} (M_{i}^{g} N_{j}^{g} + M_{j}^{g} N_{i}^{g})$$
 5.10

 $\vec{n}^{g}$  et  $\vec{m}^{g}$  sont des données cristallographiques,  $\gamma^{g}$  est la variable interne associée à la déformation plastique.

La déformation plastique produite par Ns systèmes actifs est calculée par :

$$\varepsilon_{ij}^{pl} = \sum_{g=1}^{N_s} \frac{1}{2} \gamma^g \left( M_i^g N_j^g + M_j^g N_i^g \right) = \sum_{g=1}^{N_s} R_{ij}^g \gamma^g$$
5.11

Respectivement la rotation plastique est définie par :

$$\omega_{ij}^{pl} = \sum_{g=l}^{N_s} \frac{1}{2} \gamma^g (M_i^g N_j^g - M_j^g N_i^g) = \sum_{g=l}^{N_s} S_{ij}^g \gamma^g$$
 5.12

Les tenseurs  $R^g$  et  $S^g$  sont respectivement les tenseurs symétrique et antisymétrique de Schmid.

Au niveau du grain, les taux moyens de déformation plastique et de rotation plastique sont exprimés sous les deux formes :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{p} = \frac{1}{V} \int_{V} \dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{p}(r) dV = (1 - f) \dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{pa} + \sum_{I=1}^{N_{v}} f^{I} \dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{pmI}$$
5.13

$$\dot{\overline{\omega}}_{ij}^{p} = \frac{1}{V} \int_{V} \dot{\omega}_{ij}^{p}(r) dV = (1 - f) \dot{\overline{\omega}}_{ij}^{pa} + \sum_{I=1}^{Nv} f^{I} \dot{\overline{\omega}}_{ij}^{pmI}$$
5.14

où f représente la fraction volumique totale de martensite transformée dans le grain.  $\overline{\dot{\epsilon}}^{pa}$  et  $\overline{\dot{\epsilon}}^{pml}$  sont respectivement les taux moyens de la déformation plastique de l'austénite et de la variante de martensite I.  $\overline{\dot{\omega}}^{pa}$  et  $\overline{\dot{\omega}}^{pml}$  sont respectivement les taux moyens de rotation plastique de l'austénite et de la variante de martensite I.

#### La plasticité de l'austénite :

La déformation plastique dans l'austénite est exprimée par :

$$\varepsilon_{ij}^{pa}(r) = \sum_{g=1}^{N_S} R_{ij}^g \gamma^g(r)$$
5.15

$$\omega_{ij}^{pa}(r) = \sum_{g=1}^{N_s} S_{ij}^g \gamma^g(r)$$
 5.16

En dérivant par rapport au temps, nous obtenons les taux de déformation et de rotation locaux de la phase austénitique :  $N_{\alpha}$ 

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{pa}(r) = \sum_{g=1}^{NS} R_{ij}^{g} \dot{\gamma}^{g}(r)$$
5.17

$$\dot{\omega}_{ij}^{pa}(r) = \sum_{g=1}^{N_s} S_{ij}^g \dot{\gamma}^g(r)$$
5.18

L'hypothèse des petites déformations nous permet de supposer R<sup>g</sup> et S<sup>g</sup> indépendant par rapport au temps.

En moyennant sur le volume austénitique, les taux moyens de déformation et de rotation peuvent être exprimés par :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{pa} = \sum_{g=1}^{N_S} R_{ij}^g \dot{\bar{\gamma}}^g \qquad 5.19$$

$$\dot{\overline{\omega}}_{ij}^{\ pa} = \sum_{g=1}^{N_s} S_{ij}^g \dot{\overline{\gamma}}^g \qquad 5.20$$

#### La plasticité de la martensite :

La plasticité cristalline de la martensite est négligée dans le modèle, cependant afin d'être fidèle aux résultats expérimentaux pour les évolutions de texture, Kubler et al [Kub03] proposent de calculer la rotation plastique de la variante I par la méthode de Mori-Tanaka. La

variante I est considérée comme étant une inclusion ellipsoïdale insérée dans une matrice élasto-plastique.

$$\frac{\dot{\overline{\omega}}_{ij}^{pmI}}{\bar{\overline{\omega}}_{ij}} = \frac{\dot{\overline{\omega}}_{ij}^{pa}}{\bar{\overline{c}}_{kl}^{AI}} \frac{\dot{\overline{c}}_{pa}^{pa}}{\bar{\overline{c}}_{kl}^{pa}}$$
5.21

où  $S^{AI}$  est le tenseur d'Eshelby antisymétrique de la variante I donnée par :

$$S_{ijkl}^{A} = -T_{ijmn}^{Ilanti} C_{mnkl} \text{ où } T_{ijmn}^{Ilanti} = \frac{1}{2V} \int_{V} (G_{im,jn}(r-r') - G_{jm,in}(r-r')) dV'$$
 5.22

Où G est le tenseur de Green qui caractérise le déplacement au point r produit par l'application d'une force unité au point r'.

#### La plasticité du grain:

Les taux plastiques moyens de déformation et de rotation s'écrivent finalement :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{p} = (1-f) \sum_{g=1}^{N_s} R_{ij}^{g} \dot{\bar{\gamma}}^{g}$$
 5.23

$$\dot{\overline{\omega}}_{ij}^{p} = \sum_{g=1}^{N_{s}} S_{ij}^{g} \dot{\overline{\gamma}}^{g} - \sum_{g=1}^{N_{s}} \sum_{I=1}^{N_{v}} f^{I} S_{ijkl}^{AI} R_{kl}^{g} \dot{\overline{\gamma}}^{g}$$
5.24

#### 5.1.2.2. La transformation martensitique

Nous avons vu dans le chapitre 4, qu'il existe plusieurs représentations théoriques de la transformation de phase. Les auteurs de ce modèle ont considéré, d'après la théorie phénoménologique de WLR ou de BM, que la transformation de phase produit un glissement macroscopique le long d'un plan d'habitat dans une direction donnée. La déformation de transformation produite par la variante I est donc un cisaillement le long d'un plan de vecteur normal  $\vec{n}^{1}$ , de direction  $\vec{m}^{1}$  et d'amplitude s.

$$\varepsilon_{ij}^{trI} = \frac{1}{2} s \left( m_i^I n_j^I + m_j^I n_i^I \right)$$
 5.25

Le tenseur de rotation s'écrit :

$$\omega_{ij}^{trI} = \frac{1}{2} s \left( m_i^I n_j^I - m_j^I n_i^I \right)$$
 5.26

Les évolutions par rapport au temps de la déformation et de la rotation produite par la germination de  $N_v$  variantes de martensite, moyennées sur le volume du grain, peuvent être exprimée par :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{tr} = \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_V} \int_{S} \varepsilon_{ij}^{trI} w_k^I b_k^I dS^I = \sum_{I=1}^{N_V} \varepsilon_{ij}^{trI} \dot{f}^I$$
5.27

$$\dot{\overline{\omega}}_{ij}^{tr} = \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{v}} \int_{S} \omega_{ij}^{trI} w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS^{I} = \sum_{I=1}^{N_{v}} \omega_{ij}^{trI} \dot{f}^{I}$$
5.28

où f est la fraction volumique de la variante I et  $\dot{f}$  son taux. f est également la variable interne associée à la transformation de phase.

#### 5.1.2.3. Equations cinématiques

En analysant le système austénite-martensite à son interface, on peut exprimer le saut inélastique à travers la surface S. Puisque la formation des plaquettes de martensite est supposée instantanée, la phase martensitique hérite de la déformation plastique de l'austénite. A l'instant t, correspondant à la germination de la plaquette de martensite, les déformations plastiques des deux phases sont égales. Le saut de déformation inélastique est donc restreint à la déformation de transformation  $\epsilon^{trl}$  engendrée par la variante de martensite I (figure 5.3).

$$\begin{bmatrix} \varepsilon^{in} \end{bmatrix}^{l} = \varepsilon^{ina}(r^{+}) - \varepsilon^{inl}(r^{-}) = \varepsilon^{pa}(r^{+}) - (\varepsilon^{pl}(r^{-}) + \varepsilon^{trl}(r^{-})) \text{ or } \varepsilon^{pa}(r^{+}) = \varepsilon^{pl}(r^{-})$$
$$\begin{bmatrix} \varepsilon^{in} \end{bmatrix}^{l} = -\varepsilon^{trl}$$
5.29

En remplaçant 5.29 dans l'équation 5.8, on obtient,

$$\dot{\overline{\varepsilon}}_{ij}^{in} = \frac{1}{V} \int_{V} \frac{\partial}{\partial t} (\varepsilon_{ij}^{in}(r)) dV + \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{V}} \int_{S} \varepsilon_{ij}^{tr}(r) w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS^{I}$$
5.30

En considérant  $\epsilon^{tr}$  uniforme dans la plaquette de martensite de volume V<sup>I</sup>, on peut écrire :

$$\frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{v}} \int_{S} \varepsilon_{ij}^{tr}(r) w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS^{I} = \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{v}} \varepsilon_{ij}^{trI} V^{I} = \sum_{I=1}^{N_{v}} \dot{f}^{I} \varepsilon_{ij}^{trI}$$
5.31

avec f<sup>I</sup> la fraction volumique de la variante I.



Figure 5.3 – Germination d'une variante de martensite dans un grain austénitique, représentation du mouvement des joints de grain.

Les taux de déformation et de rotation inélastique du grain austénitique sont exprimés respectivement par :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{in} = (1 - f) \sum_{g=1}^{N_s} R_{ij}^g \dot{\bar{\gamma}}^g + \sum_{I=1}^{N_v} \varepsilon_{ij}^{trI} \dot{f}^I$$
5.32

$$\dot{\overline{\omega}}_{ij}^{in} = \sum_{g=1}^{N_s} S_{ij}^g \dot{\overline{\gamma}}^g - \sum_{g=1}^{N_s} \sum_{I=1}^{N_v} f^I S_{ijkl}^{AI} R_{kl}^g \dot{\overline{\gamma}}^g + \sum_{I=1}^{N_v} \omega_{ij}^{trI} \dot{f}^I$$
5.33

Finalement les tenseurs de déformation et de rotation sont donnés respectivement par :

$$\dot{\overline{\varepsilon}}_{ij} = \dot{\overline{\varepsilon}}_{ij}^e + (1 - f) \sum_{g=1}^{N_s} R_{ij}^g \dot{\overline{\gamma}}^g + \sum_{I=1}^{N_v} \varepsilon_{ij}^{trI} \dot{f}^I \qquad 5.34$$

$$\dot{\overline{\omega}}_{ij} = \dot{\overline{\omega}}_{ij}^{e} + \sum_{g=1}^{N_s} S_{ij}^{g} \dot{\overline{\gamma}}^{g} - \sum_{g=1}^{N_s} \sum_{I=1}^{N_v} f^I S_{ijkl}^{AI} R_{kl}^{g} \dot{\overline{\gamma}}^{g} + \sum_{I=1}^{N_v} \omega_{ij}^{trI} \dot{f}^I$$
5.35

#### 5.1.3. Etude thermodynamique

Une fois les variables internes définies et les déformations inélastiques exprimées en fonction de ces variables, nous avons besoin de déterminer leurs évolutions au cours du chargement thermomécanique. Ces évolutions peuvent être déterminées à partir de l'étude thermodynamique du système austénite-martensite. La dissipation énergétique du système qui trouve son origine dans l'irréversibilité de la plasticité et de la transformation de phase, va nous permettre d'exprimer les forces thermodynamiques motrices agissant sur chaque variable interne.

Dans cette étude, on se place dans l'hypothèse d'une évolution quasi-statique et isotherme du système. On suppose de plus, que la température est homogène dans le matériau.

#### 5.1.3.1. Enthalpie libre de Gibbs

L'enthalpie libre de Gibbs  $\phi$  du système exprimée par unité de volume est composée de trois termes :

$$\Phi = \frac{1}{V} \int \Phi(r) dV = \frac{1}{V} \int G_c(r, T) dV + \frac{1}{V} \int \varphi^e(r) dV + \frac{1}{S} \int \Phi_{int}(r) dS$$
 5.36

Où G<sub>c</sub>(r,T) représente la densité d'énergie libre chimique locale du système.

 $\phi^{e}(r)$  représente la densité d'énergie élastique locale du système, associée aux déformations élastiques résultant du chargement imposé et des contraintes internes.

 $\phi_{int}(r)$  représente la densité surfacique d'énergie interfaciale locale associée à la formation d'une plaquette de martensite. Cette énergie est généralement faible par rapport aux autres termes. Par conséquent, nous la négligerons dans la suite de ce travail.

#### L'énergie Chimique $G_c$ :

L'énergie chimique, qui dépend de la température, est supposée uniforme dans chaque phase  $(G_c^a(T)$  pour l'austénite et  $G_c^m(T)$  pour la martensite).

$$\frac{1}{V} \int_{V} G_{c}(r,T) dV = (1-f) G_{c}^{a}(T) + f G_{c}^{m}(T)$$
5.37

On peut calculer la variation d'énergie chimique engendrée par la formation de  $N_v$  variantes de martensite pour passer de l'état de référence à l'état courant.

$$\Delta G_c = (G_c^m(T) - G_c^a(T)) \sum_{I=1}^{N_v} f^I$$
5.38

La différence d'énergie chimique entre martensite et austénite est supposée linéaire autour de la température d'équilibre des énergies chimiques  $T_o$  (voir chapitre 1 §1.1).

$$G_{c}^{m}(T) - G_{c}^{a}(T) = B(T - T_{0})$$
5.39

où B et T<sub>0</sub> sont des paramètres du matériau.

L'énergie élastique :

L'énergie élastique moyennée sur le volume est exprimée par :

$$\Phi^e = \frac{1}{V} \int_{V} \varphi^e(r) dV$$
 5.40

 $\varphi^{e}(r)$  étant la densité d'énergie élastique locale, elle s'écrit :

$$\varphi^{e}(r) = \frac{1}{2}\sigma_{ij}(r)\varepsilon^{e}_{ij}(r)$$
5.41

qui peut encore s'écrire :

$$\varphi^{e}(r) = \frac{1}{2}\sigma_{ij}(r)(\varepsilon_{ij}(r) - \varepsilon_{ij}^{in}(r))$$
5.42

#### 5.1.3.2. Variation d'enthalpie libre de Gibbs

Au cours du chargement thermodynamique, la formation de plaquettes de martensite va impliquer une discontinuité de l'enthalpie libre de Gibbs à travers les interfaces austénitemartensite. La dérivation par rapport au temps de cette quantité, va donc être exprimée grâce à l'équation 5.6.

$$\dot{\Phi} = \frac{1}{V} \int_{V} \left( \dot{\varphi}^{e}(r) + \dot{G}_{c}(r,T) \right) dV - \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{V}} \int_{S^{I}} \left( \left[ \varphi^{e}(r) \right]^{I} + \left[ G_{c}(r,T) \right]^{I} \right) w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS$$
5.43

• Le terme  $\frac{1}{V} \int_{V} (\dot{\varphi}^{e}(r) + \dot{G}_{e}(r,T)) dV$  représente l'évolution de l'enthalpie libre de Gibbs

engendré par la déformation plastique. La plasticité par mouvement de dislocations n'entraînant pas de changement de structure cristalline, l'énergie chimique reste donc constante et par conséquent  $\dot{G}_c(r,T) = 0$ .

En utilisant 5.42 et la propriété symétrique du tenseur  $C_{ijkl}=C_{klij}$ , nous pouvons réécrire ce terme sous la forme :

$$\frac{1}{V} \int_{V} (\dot{\varphi}^{e}(r) + \dot{G}_{e}(r,T)) dV = \frac{1}{V} \int_{V} (\sigma_{ij}(r) \dot{\varepsilon}_{ij}^{e}(r)) dV = \frac{1}{V} \int_{V} (\sigma_{ij}(r) (\dot{\varepsilon}_{ij}(r) - \dot{\varepsilon}_{ij}^{in}(r))) dV \qquad 5.44$$

La déformation de transformation est indépendante du temps donc le premier terme de l'expression prend finalement la forme :

$$\frac{1}{V} \int_{V} \left( \dot{\varphi}^{e}(r) + \dot{G}_{c}(r,T) \right) dV = \frac{1}{V} \int_{V} \left( \sigma_{ij}(r) (\dot{\varepsilon}_{ij}(r) - \dot{\varepsilon}_{ij}^{P}(r)) \right) dV$$
 5.45

• Le terme  $\frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_v} \int_{S^I} \left[ \left[ \varphi^e(r) \right]^I + \left[ G_c(r,T) \right]^I \right] w_k^I b_k^I dS$  représente l'évolution de l'enthalpie

libre de Gibbs liée à l'avancement de la transformation. Le saut de l'énergie chimique à travers la frontière S<sup>I</sup> s'écrit d'après 5.39:

$$[G_c(r,T)]^I = G_c^a(T) - G_c^m(T) = B(T - T_0)$$
4.46

Le saut de la densité d'énergie élastique dépend de l'état de déformation de chaque coté de la frontière austénite-martensite :

$$\left[\varphi^{e}(r)\right]^{I} = \frac{1}{2} \left\{ \sigma^{a}_{ij}(r^{+}) \left[ \varepsilon^{a}_{ij}(r^{+}) - \varepsilon^{ina}_{ij}(r^{+}) \right] - \sigma^{m}_{ij}(r^{-}) \left[ \varepsilon^{m}_{ij}(r^{-}) - \varepsilon^{inm}_{ij}(r^{-}) \right] \right\}$$
5.47

En utilisant la propriété symétrique du tenseur de compliance  $C_{ijkl}=C_{klij}$ : On peut réécrire 5.47 :

$$\left[\varphi^{e}(r)\right]^{l} = \frac{1}{2} \left(\sigma_{ij}^{a}(r^{+}) + \sigma_{ij}^{m}(r^{-})\right) \left[\varepsilon_{ij}(r) - \varepsilon_{ij}^{in}(r)\right]^{l}$$
 5.48

Finalement en regroupant ces termes on obtient la variation de l'enthalpie libre de Gibbs :

$$\dot{\Phi} = \frac{1}{V} \int_{V} \left( \sigma_{ij}(r) \cdot (\dot{\varepsilon}_{ij}(r) - \dot{\varepsilon}_{ij}^{P}(r)) \right) dV - \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{V}} \int_{S^{I}} \left( \frac{1}{2} \left\{ \sigma_{ij}^{a}(r^{+}) + \sigma_{ij}^{m}(r^{-}) \right\} \left[ \varepsilon_{ij}(r) - \varepsilon_{ij}^{in}(r) \right]^{I} - B(T - T_{0}) \right) w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS \qquad 5.49$$

#### 5.1.3.3. Puissance des efforts extérieurs

La puissance des efforts extérieurs appliqués à un volume V de surface  $\Sigma$  peut être exprimée par la relation :

$$P_{ext} = \frac{1}{V} \int_{\Sigma} \sigma_{ij} t_j c_i d\Sigma$$
 5.50

où  $\vec{c}$  est la vitesse des particules situées à la surface  $\Sigma$  et  $\vec{t}$  le vecteur normal à la surface  $\Sigma$ .

En utilisant le théorème de divergence, pour prendre en compte les discontinuités dans le volume, on obtient :

$$P_{ext} = \frac{1}{V} \int_{V} (\sigma_{ij} v_i)_{,j} dV + \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_V} \int_{S^I} [\sigma_{ij} b_j v_i]^I dS$$
 5.51

 L'équation d'équilibre en l'absence de forces volumiques, et dans l'hypothèse quasistatique indique que : σ<sub>ij,j</sub>=0 On peut d'autre part, décomposer v<sub>i,j</sub>(r) en sa partie symétrique ė<sub>ij</sub>(r) et antisymétrique o<sub>ij</sub>(r).

En tenant compte de la symétrie du tenseur des contraintes, on obtient pour le premier terme de  $P_{ext}$ :

$$\frac{1}{V} \int_{V} (\sigma_{ij} v_i)_{,j} dV = \frac{1}{V} \int_{V} \sigma_{ij}(r) \dot{\varepsilon}_{ij}(r) dV \qquad 5.52$$

• Les interfaces austénite-martensite, supposées parfaites, impliquent la continuité du déplacement :  $[u_i]^I=0$  et du vecteur contrainte :  $[\sigma_{ij}b_j]^I=0$  à travers les frontières S<sup>I</sup>. La continuité du déplacement fournit la relation d'Hadamars 5.53 [Had03] qui relie le saut de vitesse des particules  $[v_i]^I$  à celui du gradient de déplacement  $[u_{i,j}]^I$ , à la vitesse de la frontière mobile  $\vec{w}^I$  et à son vecteur normal  $\vec{b}^I$ .

$$[v_i]^I = -[u_{i,j}]^I b_j^I w_k^I b_k^I$$
5.53

En utilisant cette relation dans le terme surfacique de 5.51, on obtient pour ce terme :

$$\frac{1}{V}\sum_{I=1}^{N_{V}}\int_{S^{I}} \left[\sigma_{ij}b_{j}v_{i}\right]^{I} dS = \frac{1}{V}\sum_{I=1}^{N_{V}}\int_{S^{I}} \left\{-\frac{1}{2}\left\{\sigma_{ij}^{mI}(r^{-}) + \sigma_{ij}^{a}(r^{+})\right\} \left[\varepsilon_{ij}(r)\right]^{I} w_{k}^{I} b_{k}^{I}\right\} dS$$
5.54

On obtient finalement l'expression de la puissance des efforts extérieurs :

$$P_{ext} = \frac{1}{V} \int_{V} \sigma_{ij}(r) \dot{\varepsilon}_{ij}(r) dV - \frac{1}{2V} \sum_{I=1}^{N_{v}} \int_{S^{I}} \left\{ \sigma_{ij}^{mI}(r^{-}) + \sigma_{ij}^{a}(r^{+}) \right\} \left[ \varepsilon_{ij}(r) \right]^{I} w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS$$
5.55

#### 5.1.3.4. Dissipation intrinsèque du système

La dissipation intrinsèque D par unité de volume est exprimée à partir des deux premiers principes de la thermodynamique. Avec l'approximation quasi-statique et isotherme, elle s'écrit :

$$D = P_{ext} - \dot{\Phi}$$
 5.56

En utilisant les formules 5.49 et 5.55, on peut réécrire la dissipation sous la forme :

$$D = \frac{1}{V} \int_{V} \sigma_{ij}(r) \dot{\varepsilon}_{ij}^{p}(r) dV + \frac{1}{V} \sum_{I=1}^{N_{V}} \int_{S^{I}} \left\{ \frac{1}{2} \left( \sigma_{ij}^{a}(r^{+}) + \sigma_{ij}^{mI}(r^{-}) \right) \varepsilon_{ij}^{trI} - B(T - T_{0}) \right\} w_{k}^{I} b_{k}^{I} dS \qquad 5.57$$

Le premier terme de cette expression correspond à la dissipation volumique Dv qui représente l'énergie dissipée par la déformation plastique. La déformation plastique de la martensite étant négligée, le terme volumique devient :

$$D_{v} = \frac{1}{V} \int_{V} \sigma_{ij}(r) \dot{\varepsilon}_{ij}^{p}(r) dV = (1 - f) \overline{\sigma}_{ij}^{a} \dot{\overline{\varepsilon}}_{ij}^{p}$$
5.58

Où  $\overline{\sigma}^a$  est la contrainte moyenne dans l'austénite.

Le deuxième terme correspond à la dissipation surfacique Ds et représente l'énergie dissipée par la propagation des interfaces S<sup>I</sup> liées à la transformation martensitique.

Les auteurs ont utilisé les équations de la micromécanique pour simplifier l'expression  $\frac{1}{2}(\sigma_{ij}^{a}(r^{+}) + \sigma_{ij}^{mI}(r^{-}))$ . Des opérateurs interfaciaux Q<sup>I</sup> ont servi à relier les tenseurs des contraintes de part et d'autre de l'interface austénite-martensite, tels que:

$$\sigma_{ij}^{a}(r^{+}) = \sigma_{ij}^{mI}(r^{-}) + Q_{ijkl}^{I}\varepsilon_{kl}^{trI}$$
5.59

En faisant l'hypothèse d'une croissance ellipsoïdale homothétique et instantanée des variantes de martensite, les auteurs expriment la dissipation surfacique due à la formation de  $N_v$  variantes de martensite I par :

$$D_{S} = \sum_{I=1}^{N_{v}} \left\{ \overline{\sigma}_{ij}^{a} \varepsilon_{ij}^{trI} - B(T - T_{0}) - \frac{1}{2} \varepsilon_{ij}^{trI} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{I}) \varepsilon_{kl}^{trI} \right\} \dot{f}^{I}$$
 5.60

où C est le tenseur des modules élastiques (identique dans chaque phase)  $S^{I}$  est le tenseur d'Eshelby de la variante I.

 $\overline{\sigma}^a$  est calculée par la résolution du problème d'inclusion d'Eshelby-Kröner :

$$\overline{\sigma}_{ij}^{a} = \overline{\sigma}_{ij} - \sum_{J=1}^{N_{v}} f^{J} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{J}) (\overline{\varepsilon}_{kl}^{p} - \varepsilon_{kl}^{trJ})$$
5.61

Finalement, la dissipation due à la formation de  $N_v$  variantes s'exprime en fonction  $\sigma_{ij}$  par :

$$D_{S} = \sum_{l=1}^{N_{v}} \left\{ \overline{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^{trl} - B(T - T_{0}) - \sum_{J=1}^{N_{v}} f^{J} \varepsilon_{ij}^{trl} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{J}) (\overline{\varepsilon}_{kl}^{p} - \varepsilon_{kl}^{trJ}) - \frac{1}{2} \varepsilon_{ij}^{trl} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{I}) \varepsilon_{kl}^{trl} \right\} \dot{f}^{I}$$
5.62

La dissipation totale  $D=D_v + D_s$  devient alors :

$$D = (1 - f)\overline{\sigma}_{ij}^{a} \dot{\varepsilon}_{ij}^{p} + \sum_{I=1}^{N_{v}} \begin{cases} \overline{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^{trI} - B(T - T_{0}) - \sum_{J=1}^{N_{v}} f^{J} \varepsilon_{ij}^{trI} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{J}) (\overline{\varepsilon}_{kl}^{p} - \varepsilon_{kl}^{trJ}) \\ - \frac{1}{2} \varepsilon_{ij}^{trI} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{I}) \varepsilon_{kl}^{trI} \end{cases}$$

$$5.63$$

Ce qui peut encore s'exprimer en fonction des variables internes  $\overline{\dot{\gamma}}^g$  et  $\dot{f}^I$ :

$$D = (1 - f)\overline{\sigma}_{ij}^{a} \sum_{g=1}^{N_{s}} R_{ij}^{g} \dot{\overline{\gamma}}^{g} + \sum_{I=1}^{N_{v}} \begin{cases} \overline{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^{trI} - B(T - T_{0}) - \sum_{J=1}^{N_{v}} f^{J} \varepsilon_{ij}^{trI} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{J}) (\overline{\varepsilon}_{kl}^{p} - \varepsilon_{kl}^{trJ}) \\ - \frac{1}{2} \varepsilon_{ij}^{trI} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{I}) \varepsilon_{kl}^{trI} \end{cases} \dot{f}^{I} \qquad 5.64$$

#### 5.1.3.5. Forces thermodynamiques ou force motrices

Le calcul de la dissipation nous permet d'exprimer les forces motrices  $F^i$  régissant l'évolution de chaque variable interne  $\dot{X}_i$ . En effet la dissipation peut s'écrire en fonction des variables internes [Ngu93] :

$$D = \sum_{i} F^{i} \dot{X}_{i}$$
 5.65

#### Transformation de phase :

En analysant 5.64, on peut voir que la force motrice  $F^{I}$  associée à la variable interne  $\dot{f}^{I}$  de la variante I est :

$$F^{I} = \overline{\sigma}_{ij}^{a} \varepsilon_{ij}^{trI} - B(T - T_{0}) - \frac{1}{2} \varepsilon_{ij}^{trI} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{I}) \varepsilon_{kl}^{trI}$$

$$5.66$$
avec  $\overline{\sigma}_{ij}^{a} = \overline{\sigma}_{ij} - \sum_{J=1}^{N_{v}} f^{J} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{J}) (\overline{\varepsilon}_{kl}^{p} - \varepsilon_{kl}^{trJ})$ 

-  $\overline{\sigma}_{ij}^{a} \varepsilon_{ij}^{trl} - B(T - T_0)$  est la force motrice principale, dépendante de l'énergie chimique et de la contrainte locale austénitique. Le terme  $\overline{\sigma}_{ij}^{a} \varepsilon_{ij}^{trl}$  joue le rôle de la sélection de variante, nous retrouvons à travers lui l'effet Magee. L'effet Greenwood-Johnson peut être aussi représenté par le terme  $-\sum_{J=1}^{N_v} f^J C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^J) (\overline{\varepsilon}_{kl}^{p} - \varepsilon_{kl}^{trJ})$  qui reflète les

contraintes internes produites par la présence des variantes J dans l'expression de la contrainte  $\overline{\sigma}_{ii}^{a}$ .

- Le terme  $-\frac{1}{2}\varepsilon_{ij}^{trI}C_{ijmn}(I_{mnkl} - S_{mnkl}^{I})\varepsilon_{kl}^{trI}$  représente l'accroissement de l'énergie mécanique du système austénite-martensite dû à la formation de la variante de martensite I.

#### Plasticité :

Pour la plasticité, on remarque que la force motrice est la cission résolue sur chaque système de glissement g. La force motrice  $\tau^g$  associée au glissement plastique est exprimée par :

$$\tau^{g} = \overline{\sigma}^{a}_{ij} R^{g}_{ij} \qquad 5.67$$

### 5.1.3.6. Forces critiques

Dans la thermodynamique des processus irréversibles, les forces motrices doivent être comparées à des forces critiques. Une variable interne ne peut évoluer que si la force motrice qui s'exerce sur elle atteint la force critique associée à la variable interne. Nous allons définir dans cette partie les forces critiques qui dépendent de l'état microstructural du matériau.

Force critique associée à la plasticité :

La force critique  $\tau_c^g$  pour la plasticité décrit l'écrouissage de la phase austénitique, pour cela elle est exprimée à travers une matrice d'écrouissage H<sup>gh</sup> et de la variable interne  $\gamma^h$ :

$$\tau_c^g = \tau_{c0}^g + \sum_{h=1}^{N_s} H^{gh} \gamma^h$$
 5.68

où 
$$H^{gh} = \frac{A}{\left(\tau - \tau_c^g\right)^n} a^{gh}$$
 5.69

 $a^{gh}$  est la matrice d'anisotropie du glissement cristallographique pour la structure CFC composé de deux termes  $H_1$  et  $H_2$  représentant respectivement, selon Franciosi et al. [Fra80], les interactions entre systèmes de glissement coplanaires (termes diagonaux de la matrice) et les interactions entre systèmes de glissement non coplanaires (les autres termes de la matrice). A définit l'intensité de l'écrouissage et *n* est une constante.

La valeur de la constante  $\tau_{c0}$  est la même pour les  $N_s$  systèmes de glissement. Cette valeur est déterminée de telle sorte que les systèmes de glissement les mieux orientés par rapport à la contrainte s'activent à la limite d'élasticité du matériau.

Force critique associée à la transformation de phase :

Pour déterminer la force critique  $F_c^I$ , deux phénomènes sont pris en compte :

- La déformation plastique peut créer des sites de germination favorables à la transformation de phase, ainsi une matrice d'interaction H<sup>Ih</sup> est multipliée par la variable interne  $\gamma^h$  afin de favoriser la formation de la variante I.
- La croissance d'une nouvelle plaquette de martensite est limitée par les plaquettes déjà présentes. Une matrice d'écrouissage K<sup>IJ</sup> est mise en place afin d'augmenter la cission critique avec l'avancée de la transformation.

La force critique pour la transformation prend la forme :

$$F_{c}^{I} = F_{c0}^{I} - \sum_{h=1}^{N_{s}} \kappa H^{Ih} \gamma^{h} + \sum_{J=1}^{N_{v}} K^{IJ} f^{J}$$
 5.70

avec  $\kappa$  un paramètre matériau représentant le rapport entre la fraction volumique des sites de germination et la fraction volumique d'une variante I.

La valeur initiale  $F_{c0}$  peut être déterminée en supposant que la transformation de phase sur un échantillon 100% austénitique non plastifié doit débuter à la température Ms lors d'un essai de refroidissement sans contrainte appliquée.

Alors  $F_c^I = F^I$  donc

$$F_{c0}^{I} = -B(M_{s} - T_{0}) - \frac{1}{2} \varepsilon_{ij}^{trI} C_{ijmn} (I_{mnkl} - S_{mnkl}^{I}) \varepsilon_{kl}^{trI}$$
5.71

Définition des matrices d'interaction :

Cherkaoui et al [Che98] ont proposé une expression pour  $H^{Ig}$  décrivant l'influence du système g sur la variante I. Ils considèrent que la plasticité crée des sites de germination élevant les contraintes locales. Ainsi à partir des tenseurs d'Eshelby du site de germination  $S^{gp}$  et de la variante  $S^{I}$ , ils définissent la matrice d'interaction  $H^{Ig}$  telle que:

$$H^{Ig} = \varepsilon_{ij}^{trI} C_{ijkl} (S^{I}_{klmn} - S^{gp}_{klmn}) R^{p}_{mn}$$
 5.72

La matrice d'interaction K<sup>IJ</sup> est une matrice isotrope où tous les termes sont égaux. Ceci décrit l'écrouissage d'une variante I sur elle-même et sur toutes les autres variantes J.

#### 5.1.3.7. Loi d'évolution des variables internes

L'évolution de la variable interne  $\gamma^{g}$  est donnée par la loi de cohérence:

$$\dot{\gamma}^{g} = 0 \text{ si } \tau^{g} < \tau_{c}^{g}$$

$$\dot{\gamma}^{g} = 0 \text{ si } \tau^{g} = \tau_{c}^{g} \text{ et } \dot{\tau}^{g} < \dot{\tau}_{c}^{g}$$

$$\dot{\gamma}^{g} > 0 \text{ si } \tau^{g} = \tau_{c}^{g} \text{ et } \dot{\tau}^{g} = \dot{\tau}_{c}^{g}$$

$$5.73$$

L'évolution de la fraction volumique de martensite est régie par la loi de cohérence suivante:

$$\dot{f}^{I} = 0 \text{ si } F^{I} < F_{c}^{I}$$

$$\dot{f}^{I} = 0 \text{ si } F^{I} = F_{c}^{I} \text{ et } \dot{F}^{I} < \dot{F}_{c}^{I}$$

$$\dot{f}^{I} > 0 \text{ si } F^{I} = F_{c}^{I} \text{ et } \dot{F}^{I} = \dot{F}_{c}^{I}$$

$$5.74$$

L'équation 5.34 qui lie la variation de déformation inélastique aux variables internes  $X_1$  peut être réécrite sous la forme :

$$\dot{\overline{\varepsilon}}_{ij}^{in} = M_{ij}^{k}(X_l)\dot{X}_k \qquad 5.75$$

En associant les expressions 5.73, 5.74, et 5.75 et en y ajoutant la réponse élastique  $\dot{\varepsilon}^e = C^{-1}\dot{\sigma}$ , on arrive à la formulation qui détermine la réponse totale d'un cristal d'austénite soumis à une transformation martensitique et une plasticité cristalline austénitique:

$$\dot{\overline{\varepsilon}} = \mathbf{g} : \dot{\sigma} + \mathbf{n} : \dot{T}$$
 5.76

où g et n sont les modules tangents reliant le taux de déformation à la contrainte appliquée et à l'incrément de température.

#### 5.1.4. Passage au polycristal

#### 5.1.4.1. Transition d'échelle : la méthode autocohérente

Nous avons déterminé la loi de comportement du grain austénitique à l'aide d'outils micromécaniques et de concepts thermodynamiques. Le passage au polycristal, nécessaire pour modéliser de manière quantitative le comportement de l'acier, doit prendre en compte l'interaction entre les différents grains constituant le polycristal. La méthode autocohérente permet de résoudre cette difficulté en remplaçant le milieu hétérogène entourant un grain par un milieu homogène. Les contraintes intergranulaires générées lors du chargement thermodynamique sont alors représentées par celles s'exerçant entre le grain et le milieu homogène.

Nous nous plaçons ici dans le référentiel macroscopique du polycristal où la variable r représente la position d'un grain. Nous appelons  $\sigma(r)$  et  $\epsilon(r)$ , la contrainte moyenne et la déformation moyenne du grain de position r. Nous appellerons comportement local, le comportement d'un grain de position r et comportement global le comportement du polycristal.

Avec ces notations, la loi de comportement du grain de position r donnée par 5.76 peut se mettre également sous la forme :

$$\dot{\sigma}_{ij}(r) = l_{ijkl}(r)\dot{\varepsilon}_{kl}(r) - m_{ij}(r)\dot{T}$$
 5.77

avec l et m les modules tangents du grain de position r qui relient le taux de déformation et le taux de température au taux de la contrainte du grain.

L'objectif de la transition d'échelle est de définir la loi de comportement global du milieu effectif (représentation théorique du polycristal), en déterminant les modules tangents effectifs  $L^{eff}$  et  $M^{eff}$ .

$$\dot{\Sigma}_{ij} = L^{eff}_{ijkl} \dot{E}_{kl} - M^{eff}_{ij} \dot{T}$$
5.78

Pour cela, nous faisons deux hypothèses qui relient les grandeurs globales aux grandeurs locales:

• Les grandeurs locales sont reliées aux grandeurs globales par des tenseurs de localisation A(r), a(r), B(r) et b(r) qui sont les inconnues du problème.

$$\dot{\sigma}_{ij}(r) = B_{ijkl}(r)\dot{\Sigma}_{kl} + b_{ij}(r)\dot{T}$$
5.79

$$\dot{\varepsilon}_{ij}(r) = A_{ijkl}(r)\dot{E}_{kl} + a_{ij}(r)\dot{T}$$
5.80

• Les grandeurs globales sont les moyennes sur le volume des grandeurs locales :

$$\dot{\Sigma}_{ij} = \frac{1}{V} \int_{V} \dot{\sigma}_{ij}(r) dV \qquad 5.81$$

$$\dot{E}_{ij} = \frac{1}{V} \int_{V} \dot{\varepsilon}_{ij}(r) dV$$
5.82

En combinant les équations 5.77 et 5.80, on obtient pour l'incrément de la contrainte locale :

$$\dot{\sigma}_{ij}(r) = l_{ijkl}(r)A_{klmn}(r)\dot{E}_{mn} + (l_{ijkl}(r)a_{kl}(r) - m_{ij}(r))\dot{T}$$
5.83

En utilisant la relation 5.78 et 5.81, on obtient :

$$L_{ijkl}^{eff} = \frac{1}{V} \int_{V} l_{ijmn}(r) A_{mnkl}(r) dV'$$
  

$$M_{ij}^{eff} = \frac{1}{V} \int_{V} [m_{ij}(r) - l_{ijkl}(r) a_{kl}(r)] dV'$$
5.84

La détermination des modules tangents effectifs nécessite donc le calcul des tenseurs de localisation A(r) et a(r). Dans la majorité des modèles de transitions d'échelles, les grains sont assimilés à une inclusion ellipsoïdale de même comportement, immergée dans un milieu homogène fictif représentant le milieu environnant et soumis à des conditions homogènes à l'infini. En supposant que  $L_{ijkl}^0$  et  $M_{ijkl}^0$  sont les modules tangents du milieu homogène fictif, les modules tangents locaux s'écrivent alors :

Chapitre 5 – Modélisation du comportement mécanique, de la cinétique de transformation et des évolutions de texture des phases de l'acier AISI 304

$$l_{ijkl}(r) = L_{ijkl}^{0} + \delta l_{ijkl}(r)$$
  

$$m_{iikl}(r) = M_{iikl}^{0} + \delta m_{iikl}(r)$$
  
5.85

La déformation locale dans l'inclusion peut être calculée classiquement à partir des fonctions de Green. La déformation locale est reliée à la déformation macroscopique par une équation intégrale faisant intervenir le tenseur de Green  $\Gamma_{mnij}$ . Ce tenseur définit le déplacement en r dû à une force unitaire appliquée en r'.

$$\dot{\varepsilon}_{mn}(r) = \dot{E}_{mn}^{0} + \int_{V} \Gamma_{mnij}(r-r') [\delta l_{ijkl}(r') \dot{\varepsilon}_{kl}(r') - \delta m_{ij}(r') \dot{T}] dV'$$
5.86

La résolution de cette équation passe par le choix du milieu de référence. Ce milieu est choisi comme étant le milieu effectif dans la méthode autocohérente, c'est à dire que  $L^0$  est remplacé par  $L^{eff}$ . Dans l'approximation autocohérente, une propriété particulière du tenseur de Green est exploitée, celui-ci peut être exprimé en une partie locale et non locale.

$$\int_{V} \Gamma_{mnij}(r-r') \left[\delta l_{ijkl}(r')\dot{\varepsilon}_{kl}(r') - \delta m_{ij}(r')\dot{T}\right] dV' = \Gamma_{mnij}^{local}(r) \left[\delta l_{ijkl}(r)\dot{\varepsilon}_{kl}(r) - \delta m_{ij}(r)\dot{T}\right] + \int_{V} \Gamma_{mnij}^{non-local}(r-r') \left[\delta l_{ijkl}(r')\dot{\varepsilon}_{kl}(r') - \delta m_{ij}(r')\dot{T}\right] dV'$$
5.87

La partie locale est facilement calculable, tandis que la partie non locale est difficilement résoluble. Cependant en choisissant le milieu effectif comme milieu de référence, le second terme tend rapidement vers zéro.

L'équation 5.86 peut se réécrire :

$$\dot{\varepsilon}_{mn}(r) = \dot{E}_{mn}^{eff} + \Gamma_{mnij}^{local}(r) [\delta l_{ijkl}(r) \dot{\varepsilon}_{kl}(r) - \delta m_{ij}(r) \dot{T}]$$
5.88

avec  $\delta l_{ijkl}(r) = l_{ijkl}(r) - L_{ijkl}^{eff}$ :

Le taux de déformation d'un grain est alors :

$$\dot{\varepsilon}_{kl}(r) = [I_{klmn} - \Gamma_{mnij}^{local}(r)\delta l_{ijkl}(r)]^{-1}\dot{E}_{mn}^{eff} - [I_{klmn} - \Gamma_{mnij}^{local}(r)\delta l_{ijkl}(r)]^{-1}\Gamma_{mnij}^{local}(r)\delta m_{ij}(r)\dot{T}$$
5.89

On reconnaît dans cette équation la relation de localisation 5.80, où l'on peut identifier les termes A(r) et a(r).

$$A_{ijkl}(r) = [I_{ijkl} - \Gamma_{ijmn}^{local}(r)\delta I_{mnkl}(r)]^{-1}$$
  

$$a_{ij}(r) = -A_{ijmn}(r)\Gamma_{mnkl}^{local}(r)\delta m_{kl}(r)$$
  
5.90

En remplaçant ces expressions dans les équations 5.84, les modules tangents effectifs  $L_{ijkl}^{eff}$  et  $M_{ij}^{eff}$  peuvent être déterminés. Seulement ces modules sont également compris dans les expressions  $\partial I_{mnkl}$  et  $\partial I_{mnkl}$ , le problème ne pouvant pas être complètement explicité, la résolution devra être réalisée de manière implicite par intégration numérique.

Pour pouvoir exploiter les formulations obtenues, on suppose en pratique, que les propriétés du milieu macroscopique sont continues par morceaux : on considère que le comportement

intragranulaire est homogène. Cette hypothèse permet la détermination de tenseurs homogènes de localisation  $A_{ijkl}^g$  et  $a_{ij}^g$  dans chaque grain g de fraction volumique f<sup>g</sup>. Les modules tangents effectifs sont alors obtenus, d'après 5.84:

$$L_{ijkl}^{eff} = \sum_{g} l_{ijmn}^{g} A_{mnkl}^{g} \cdot f^{g}$$

$$M_{ij}^{eff} = \sum_{g} (m_{ij}^{g} - l_{ijkl}^{g} a_{kl}^{g}) \cdot f^{g}$$
5.91

#### 5.1.4.2. Modélisation des évolutions de texture

Evolution de la texture austénitique.

Le glissement plastique ne modifie pas l'orientation du réseau cristallographique par rapport au référentiel macroscopique. Ce sont les conditions de compatibilité entre les grains qui entraînent des rotations de réseau à l'origine de la formation et de l'évolution des textures cristallographiques. En effet les glissements plastiques conduisent à des déformations qui sont incompatibles dans la plupart des cas. Pour préserver la continuité du milieu, une rotation du réseau des grains est nécessaire. Cette rotation est représentée à travers l'expression du tenseur de rotation élastique du grain :

$$\omega^e = \omega - \omega^p \tag{5.92}$$

L'évolution de l'orientation d'un grain est calculée à partir du taux de rotation élastique  $\dot{\omega}^e$ .

$$\dot{\omega}^e = \dot{\omega} - \dot{\omega}^p \qquad 5.93$$

Si l'orientation cristallographique  $g^{\gamma}$  d'un grain austénitique est définie à partir des angles d'Euler, alors l'incrément de ces angles est donné par les relations :

$$\dot{\phi}_{1} = \dot{\omega}_{21}^{e} - \dot{\phi}_{2} \cos\phi$$

$$\dot{\phi} = \cos\phi_{1}\dot{\omega}_{32}^{e} + \sin\phi_{1}\dot{\omega}_{13}^{e}$$

$$\dot{\phi}_{2} = \frac{\sin\phi_{1}}{\sin\phi}\dot{\omega}_{32}^{e} - \frac{\cos\phi_{1}}{\sin\phi}\dot{\omega}_{13}^{e}$$
5.94

Calcul de la texture de la martensite.

L'orientation  $g^{\alpha'}$  d'une variante est définie dans le référentiel du grain austénitique  $R_{\gamma}$  à partir d'une relation d'orientation entre les deux phases. Cette relation d'orientation peut être représentée par une matrice de passage  $\Delta_g^{\gamma \leftarrow \alpha'}$  du référentiel lié au réseau martensitique de la variante  $\alpha'$  au référentiel austénitique. L'orientation des 24 variantes de martensite peuvent être déduites dans le référentiel du grain austénitique  $R_{\gamma}$  en appliquant les éléments de symétrie cubique  $C_I$  (voir annexe 5):

$$g_{/R_{\gamma}}^{I\alpha'} = C_I . \Delta_g^{\gamma \leftarrow \alpha'}$$
 5.95

Dans le référentiel macroscopique K<sub>M</sub>, la variante I a pour orientation :

$$g_{/K_M}^{I\alpha'} = g^{\gamma} \cdot g_{/R_{\gamma}}^{I\alpha'} = g^{\gamma} \cdot C_I \cdot \Delta_g^{\gamma \leftarrow \alpha'}$$
5.96

# 5.1.5. Le programme CRYSTRIP

Cherkaoui et al ont implémenté ce modèle dans un code de calcul Fortran. La figure 5.4 présente l'algorithme simplifié du programme nommé « Crystrip » [Kub04].

A l'échelle du grain, la sélection des variantes de martensite et des systèmes de glissement est faite en deux étapes. La première étape consiste à déterminer les systèmes de glissement et les variantes vérifiant la loi de cohérence (équations 5.72 et 5.73), ils sont alors qualifiés de systèmes potentiellement actifs. Dans une seconde étape, une analyse combinatoire sur l'ensemble des systèmes potentiellement actifs permet de sélectionner les systèmes et variantes effectivement actifs. Cette analyse combinatoire consiste à calculer la loi de comportement du grain et l'énergie mécanique dissipée par chaque combinaison système-variante. Les systèmes et variantes constituant la combinaison qui maximise l'énergie mécanique dissipée sont ceux effectivement actifs.

De nombreuses modifications ont dû être menées sur le programme, lors de ce travail de thèse. En l'occurrence, des subroutines permettant de sortir les orientations de chaque grain austénitique et des programmes de post-traitement ont dû être développé pour pouvoir visualiser les textures austénitiques et martensitiques simulées. Des modifications de l'algorithme de sélection de variantes ont dû être également entreprises afin d'adapter la déformation de transformation suivant l'approche de Kelly.
Chapitre 5 – Modélisation du comportement mécanique, de la cinétique de transformation et des évolutions de texture des phases de l'acier AISI 304



Figure 5.4- Algorithme simplifié du programme CRYSTRIP [Kub04].

# 5.2. Simulation du comportement mécanique et des évolutions de texture de l'acier AISI 304

Le programme CRYSTRIP a été utilisé afin de modéliser le comportement mécanique, la cinétique de transformation et les évolutions de texture de l'acier AISI304 lors d'une traction uniaxiale à la température de  $-60^{\circ}$ C. Comme nous l'avons présenté dans les chapitres précédents, la transformation de phase est relativement complexe dans ces aciers, impliquant la formation de martensite  $\varepsilon$  et  $\alpha$ '. Malheureusement le modèle présenté ci-dessus ne prend en compte que la contribution de deux déformations inélastiques, la déformation plastique et la déformation de transformation. Nous ne pouvons prendre en considération qu'une seule déformation de transformation. La double transformation de phase  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$  ne peut pas être simulée sans de lourdes modifications du programme. Par conséquent, nous considérons uniquement les deux déformations de transformation déduites de la théorie phénoménologique suivant un cisaillement complémentaire {101}<-101>\_{\gamma} et {111}<-1-12>\_{\gamma}.

# 5.2.1. 1<sup>ère</sup> simulation

De nombreux auteurs ont utilisé les variantes déduites de la théorie phénoménologique de Wecksler, Liebermann et Read pour reproduire les courbes de tractions des aciers austénitiques et notamment celles de l'acier AISI 304 [Kub03]. Comme nous avons pu le voir dans le chapitre 4, le cisaillement complémentaire qui accompagne la déformation de Bain dans la théorie phénoménologique dépend essentiellement du matériau étudié. Différents auteurs ont utilisé les variantes déduites de la théorie phénoménologique utilisant un cisaillement complémentaire de type  $\{101\} <-101 >_{\gamma}$ . La déformation de transformation est alors un cisaillement d'amplitude s, le long du plan d'habitat de normale  $\vec{n}$  et dans la direction de glissement  $\vec{m}$ .

$$\vec{n} = \{0.184, 0.782, 0.594\}_{\gamma}$$
  
 $\vec{m} = \langle -0.209, 0.709, -0.673 \rangle_{\gamma}$ 
  
 $s = 0.226$ 
  
5.97

La relation d'orientation entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha$  est donnée par les angles d'Euler :

$$R_{g} = \{130.17, 9.67, 186.32\}$$
5.98

Dans une première approche, des simulations similaires ont été conduites pour analyser les prédictions du modèle concernant l'évolution des textures de la phase austénitique. Pour cela nous avons utilisé des systèmes de glissement de type  $\{111\} < -110 >_{\gamma}$  pour la plasticité de la phase  $\gamma$ . Les variantes de martensite utilisées sont celles présentées en 5.97.

La texture initiale de l'acier AISI 304 a été discrétisée en 2888 grains, la comparaison entre la texture simulée et celle expérimentale a été présentée dans le chapitre 4 (figure 4.16 §4.3.2.2). Cette texture austénitique est la texture d'entrée du modèle micro-mécanique.

#### 5.2.1.1. Identification des paramètres du modèle

L'identification des paramètres est réalisée en analysant la courbe de traction et la cinétique de transformation de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}$ C (figure 3.1 du chapitre 3). La déformation à laquelle commence la transformation de phase peut être estimée sur la courbe de traction. Le plateau en contrainte (identifié comme le second domaine dans l'analyse de la courbe de traction dans le chapitre 3 partie 3.1.1) peut être considéré comme le résultat du déclenchement de la transformation de phase [Suz77]. On considèrera alors qu'elle commence à la déformation de 4%, ce qui correspond sur la courbe de traction à une contrainte  $\Sigma_{11} \approx 500$ MPa.

#### Paramètres liés à la transformation :

Le paramètre B qui intervient dans le calcul de  $F_{c0}$ , est difficilement mesurable expérimentalement. En égalisant les expressions 5.66 et 5.70, nous pouvons voir que  $F_c^I = F^I$  peut être simplifié à :

$$F_c^{I} = F^{I}$$

$$\overline{\sigma}_{ij}^{a} \varepsilon_{ij}^{trI} = B(T - Ms) - \sum_{h=1}^{Ns} \kappa H^{Ih} \gamma^h + \sum_{J=1}^{Nv} K^{IJ} f^J$$
5.99

Dans nos simulations, nous n'avons pas identifié le paramètre B. Nous avons donné une valeur au terme  $B(T - M_s)$ . Si l'on suppose que la variante I est la première variante de martensite à germer (N<sub>v</sub>=0), le terme  $B(T - M_s) - \sum_{h=1}^{N_s} \kappa H^{lh} \gamma^h$  représente la force critique nécessaire à atteindre par la force motrice  $\overline{\sigma}_{ij}^a \varepsilon_{ij}^{trl}$  pour que la variante I germe.

Avec ces hypothèses, la contrainte moyenne  $\overline{\sigma}_{ij}^{a}$  dans la phase austénitique est égale à la contrainte moyenne dans le grain  $\overline{\sigma}_{ij}$ . En supposant que cette contrainte moyenne est proche de la contrainte macroscopique, la force motrice est égale à :

$$\overline{\sigma}_{ij}^{a} \varepsilon_{ij}^{trI} \approx \Sigma_{ij} \varepsilon_{ij}^{trI} \approx B(T - M_{s}) - \sum_{h=1}^{N_{s}} \kappa H^{lh} \gamma^{h}$$
5.100

En supposant que la transformation commence dans le cas de la traction uniaxiale à la contrainte  $\Sigma_{11}$ =500MPa, la première variante I à être activée sera celle qui formera un angle de 45° avec la direction de traction.

La déformation de transformation de cette variante I est exprimée par :

Chapitre 5 – Modélisation du comportement mécanique, de la cinétique de transformation et des évolutions de texture des phases de l'acier AISI 304

$$\varepsilon_{11}^{trI} = s\sin(45)\cos(45) = \frac{1}{2}s$$
 5.101

Ainsi avec s=0.22,

$$B(T - M_s) \approx \frac{1}{2} \Sigma_{11} \cdot s + \sum_{h=1}^{N_s} \kappa H^{lh} \gamma^h$$
  

$$B(T - M_s) \approx 55 MPa + \sum_{h=1}^{N_s} \kappa H^{lh} \gamma^h$$
5.102

 $B(T - M_s)$  dépend de l'activité plastique du grain. Nous choisirons sa valeur en fonction de celle-ci afin que la transformation commence aux environs de 500MPa.

Les paramètres  $\kappa$  et  $K^{IJ}$  sont utilisés comme paramètre d'ajustement de la cinétique de transformation. Par une méthode d'essais et d'erreurs, le paramètre  $\kappa$  a permis d'ajuster la cinétique de transformation entre 0 et 30% de fraction volumique de martensite  $\alpha$ ' formée, tandis que le paramètre  $K^{IJ}$  a permis de la contrôler au-delà de 30% de martensite  $\alpha$ ' dans le matériau.

 $\kappa$  est fixé à 0.011 et K<sup>IJ</sup>=105J/m<sup>3</sup>.

Le rapport c/a de la variante de martensite est choisi à 0.01.

#### Paramètres liés à la plasticité.

Les paramètres contrôlant la plasticité sont définis en analysant la courbe de traction avant que la transformation débute (<3%).

 $\tau_{c0}$  est choisi afin que la plasticité commence à la limite élastique  $\Sigma_{11}^{e}$  du matériau. En supposant que la contrainte moyenne dans le grain est proche de la contrainte macroscopique, la cission résolue sur un système g est :

$$\tau^g = \overline{\sigma}^a_{ij} R^g_{ij} = \overline{\sigma}_{ij} R^g_{ij} = \Sigma_{11} R^g_{11}$$
5.103

Comme pour la transformation, nous faisons l'hypothèse que le premier système de glissement à s'activer est celui qui sera à 45° de la direction de traction. Par conséquent :

$$\tau_{c0} = \tau^{g}$$
  

$$\tau_{c0} = \Sigma_{11}^{e} \sin(45) \cos(45) = \frac{1}{2} \Sigma_{11}^{e}$$
  

$$\tau_{c0} \approx \frac{240}{2}$$
  

$$\tau_{c0} \approx 120 MPa$$
  
5.104

Les paramètres a, A et n ont servi à ajuster la courbe de traction par méthode d'essais et d'erreurs avant que la transformation de phase débute.

Plasticité						
$ au_{cO}$	A	H1/H2	п			
МРа						
120	70000	1.4	1.1			
Transformation martensitique						
cla	σ	$B(T-M_s)$	$H_{IJ}$	K		
C/ U	8	$J/m^3$	MPa	Л		
0.01	0.21	95	105	0.011		

Le tableau 5.1 présente les différents paramètres utilisés dans le modèle.

Tableau 5.1 – Valeurs des paramètres du modèle concernant la simulation utilisant les déformations de transformation déduites de la théorie phénoménologique de WLR.

#### 5.2.1.2. Courbes de traction et cinétiques de transformation

Les courbes de traction et les cinétiques de transformation simulées et expérimentales sont proposées figure 5.5. Nous pouvons voir que la simulation reproduit bien la courbe de traction expérimentale jusqu'à 17% de déformation vraie. Pour les cinétiques de transformation, celle simulée a les mêmes tendances que celle obtenue expérimentalement, cependant la fraction volumique de martensite  $\alpha$ ' est quelque peu sous estimée.



#### Figure 5.5- Courbes de traction et cinétiques de transformation simulées et expérimentales utilisant les déformations de transformation déduites de la théorie phénoménologique de WLR.

Entre 0% et 4%, la courbe simulée reproduit convenablement la courbe de traction expérimentale.

Le plateau situé entre 4% et 9% n'est bien simulé qu'en déclenchant la transformation de phase à 4%. Sans ce déclenchement, l'écrouissage plastique aurait continué à être linéaire comme entre 2% et 4%. C'est l'addition de la plasticité cristalline austénitique et de la déformation de transformation qui permet d'obtenir ce glissement facile entre 4% et 9%. La courbe de traction est d'autant plus horizontale que le taux de transformation est grand. Nous avons observé que le paramètre c/a, qui définit la forme des variantes de martensite, jouait un rôle important sur ce phénomène. En augmentant celui-ci, les contraintes résiduelles dans le grain s'amplifient et entraînent une augmentation du taux de transformation et donc un aplatissement de la courbe de traction. De nombreux auteurs assimilent ce plateau au développement de bandes de glissement parallèles dans le matériau qui produisent une déformation plus importante que la transformation de phase martensitique [Tam70][Gun62]. Même si ce modèle ne tient pas en compte de ces bandes, il reproduit convenablement ce phénomène.

Entre 10% et 17%, l'évolution rapide de la phase martensitique réduit la fraction volumique de l'austénite. La déformation plastique du grain commence donc à chuter sans pour autant être contrebalancée par une augmentation de la déformation de transformation. En effet, sur la cinétique de transformation simulée, nous constatons que l'évolution de la fraction volumique de martensite reste linéaire entre ces deux déformations. La contrainte de traction commence alors à augmenter. Aux environs de 15% de déformation, le taux de transformation commence faiblement à chuter. La plasticité cristalline austénitique n'est plus assez importante pour favoriser la transformation de phase. De plus, les variantes de martensite dans le grain interagissent entre-elles et bloquent la formation de nouvelles variantes.

Au-delà de 17%, les courbes de traction expérimentales et simulées divergent. Cette divergence reflète très certainement les limites du modèle. Celui-ci est tout d'abord formulé en petite déformation, ce qui veut dire que l'on cumule, tout au long du calcul, des erreurs qui ne peuvent plus être compensées au-delà de 20% par l'ajustement des paramètres. D'autre part, une hypothèse forte a été formulée dans ce modèle : la plasticité cristalline de la martensite a été négligée. Nous avons vu dans le chapitre 3 qu'après 20% de déformation la martensite se développe sous forme de larges domaines où de fortes désorientations ont été mises en évidence. Ces désorientations sont souvent le résultat d'une plasticité cristalline. Il est alors probable que la plasticité de la martensite  $\alpha$ ' ne peut plus être négligée au-delà de 17%, ce qui expliquerait également la divergence des deux courbes.

## 5.2.1.3. Textures austénitiques simulées

La texture austénitique simulée à 10% de déformation est représentée figure 5.6 et est comparée à celle obtenue expérimentalement.

Des différences prononcées existent entre la texture expérimentale et la simulation. Le modèle prédit une transformation complète des grains  $\gamma$  appartenant aux composantes Cube et Goss, tandis que les grains appartenant à la composante Cuivre et Laiton tourné sont principalement déformés plastiquement. Par conséquent, sur les figures de pôles et la section de F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° de la texture austénitique simulée (figure 5.6), les composantes Cube et Goss ont

Chapitre 5 – Modélisation du comportement mécanique, de la cinétique de transformation et des évolutions de texture des phases de l'acier AISI 304

pratiquement disparu et les composantes Laiton tourné et Cuivre se sont renforcés. Ceci n'est pas vérifié expérimentalement, en effet la texture  $\gamma$  obtenue par diffraction des rayons X aussi bien que celle obtenue par E.B.S.D. montrent clairement la présence de grains austénitiques résiduels appartenant aux composantes Cube et Goss (figure 4.2). De plus, l'analyse des données E.B.S.D. montre clairement qu'au-dessous de 10% de déformation, ces grains présentent une faible fraction volumique de martensite  $\alpha$ ' et que les grains proches des composantes Laiton tourné et Cuivre exposent une importante fraction volumique de martensite  $\alpha$ '.

Ces fortes différences entre les textures austénitiques expérimentales et simulées indiquent clairement que la plasticité et la transformation de phase ne sont pas bien équilibrées dans cette simulation. Le mécanisme de transformation mis en œuvre dans la théorie phénoménologique de WLR utilisant un cisaillement de type {101}<-101>, ne semble pas adapté à la transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  de l'acier AISI 304, lorsque celui-ci est sollicité à froid. Cependant il est tout de même intéressant de noter que les courbes de traction et la cinétique de transformation peut être fidèlement reproduite.



Figure 5.6 – Comparaison des figures de Pôle et section de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives aux textures austénitiques expérimentales et simulées à 10% de déformation utilisant les déformations de transformation déduites de la théorie phénoménologique de WLR.

- a) Expérimentales.
- b) Simulées.

# 5.2.2. 2<sup>ème</sup> simulation

Si l'on veut prétendre simuler le comportement mécanique de l'acier AISI 304, il est essentiel d'introduire au mieux le mécanisme de transformation actif dans ces aciers et notamment d'introduire l'effet des bandes de glissement dans la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ '.

Une nouvelle simulation a été réalisée avec les variantes déduites de la théorie phénoménologique de BM modifié par Kelly pour prendre en compte la présence de bandes de glissement dans les aciers austénitiques (cf chapitre 4). Kelly suggère que le cisaillement soit réalisé dans ces aciers le long d'un plan  $(111)_{\gamma}$  dans une direction  $[-12-1]_{\gamma}$ . Avec ces hypothèses la théorie phénoménologique conduit à un plan d'habitat (-1-12) pour une variante qui se développe dans une bande  $(111)_{\gamma}$  dans la direction  $[1-10]_{\gamma}$ . Conformément à la théorie phénoménologique, la déformation de transformation est donc un cisaillement d'amplitude s le long du plan d'habit de normale  $\vec{n}$  dans une direction  $\vec{m}$ .

La relation d'orientation entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha$ ' est la relation de KS.

$$\vec{n} = (-1-12)_{\gamma}$$
  
 $\vec{m} = [-0.81, 0.47, 0.35]_{\gamma}$  5.105  
 $s = 0.212$ 

La relation d'orientation entre les phases  $\gamma$  et  $\alpha$  ' est :

$$\begin{array}{l} (111)_{\gamma} / / (101)_{\alpha}, \text{ et } [1-10]_{\gamma} / [11-1]_{\alpha}, \\ \text{ou } R_{g} = (170.37, 85.70, 131.95) \end{array}$$
 5.106

Afin de prendre en compte les observations faites au chapitre 3. Nous remplaçons la plasticité sur les 24 systèmes de glissement  $\{111\}<1-10>$ , par les 24 systèmes de glissement de type  $\{111\}<1-2>$  afin de simuler la formation des bandes de glissement. Nous faisons ensuite l'hypothèse que la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$  a lieu sur les plans  $\{111\}_{\gamma}$  les plus actifs de la plasticité cristalline. On autorise alors la transformation de phase pour les variantes de martensite  $\alpha'$  dont le plan d'habitat est perpendiculaire au plan  $\{111\}_{\gamma}$  activé par la plasticité. Pour chaque plan  $\{111\}_{\gamma}$ , 6 variantes de martensite  $\alpha'$  peuvent être sélectionnées. Le tableau 4.5 du chapitre 4 liste chaque groupe de 6 variantes correspondant à chaque plan  $\{111\}_{\gamma}$ . Si N plans  $\{111\}_{\gamma}$  sont activés par la plasticité cristalline, la sélection de variante s'effectuera sur 6.N variantes  $\alpha'$ . Les 6.(4-N) autres tenseurs de déformation  $\epsilon^{trI}$  seront considérés comme nul.

## 5.2.2.1. Identification des paramètres du modèle

La méthode d'identification reste la même que précédemment, la valeur de B(T-To) est ajustée afin que la transformation débute aux environs de 4%.

La cission critique de la plasticité reste la même (voir eq. 5.102).

Les systèmes de glissement et les variantes de martensite n'étant plus les mêmes que précédemment, les paramètres d'ajustement ont évolué, le tableau 5.2 présente ces paramètres.

Plasticité					
$ au_{cO}$ MPa	A	H1/H2	п		
120	120000	1.4	1.5		
Transformation martensitique					
c/a	g	$B(T-M_s)$	$H_{IJ}$	K	
		$J/m^3$	MPa	Л	
0.04	0.22	65	125	0.042	

# Tableau 5.2 – Valeurs des paramètres du modèle pour la simulation utilisant les déformations de transformation établies par Kelly.

## 5.2.2.2. Courbes de traction et Cinétique de transformation

La courbe de traction et la cinétique de transformation simulées sont superposées aux résultats expérimentaux sur la figure 5.7. On peut voir que la courbe de traction simulée est plus fidèle à l'expérimentale que la simulation précédente. Cependant nous obtenons également une divergence des courbes simulée et expérimentale après 17% de déformation. L'explication de cette divergence reste la même que celle exposée dans la partie 5.2.1.2.

La cinétique de transformation simulée est également de meilleure qualité, puisque la simulation atteint 21% de fraction volumique de martensite  $\alpha$ ' à 10% de déformation nominale. Cependant, après cette déformation, la simulation surestime la fraction volumique de martensite formée. L'absence de la plasticité de la martensite dans le modèle peut expliquer ce résultat. Si celle-ci était prise en compte, la déformation plastique de la martensite viendrait s'additionner à la déformation de transformation. Ainsi, il serait moins nécessaire de former de la martensite pour accommoder la déformation totale du grain. La cinétique de transformation serait probablement moins importante et alors plus fidèle à l'expérience.



Figure 5.7 - Courbes de traction et cinétiques de transformation simulée et expérimentale en utilisant les déformations de transformation établies par Kelly.

#### 5.2.2.3. Textures austénitiques simulées

Le modèle prédit, avec ces nouvelles hypothèses, une transformation préférentielle pour les grains appartenant aux composantes Laiton tourné et Cuivre. A la déformation de 10%, ces grains sont transformés à 10% dans la simulation, tandis que les grains appartenant aux composantes Cube et Goss sont transformées qu'à 3%. Ceci est fidèle aux observations faites dans le chapitre 3. Les textures simulées de la phase austénitique sont présentées sur la figure 5.8. On observe maintenant une meilleure approximation de la texture expérimentale. En effet, la présence des composantes Cube et Goss peut être vérifiée sur la section de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45°. Ceci montre que la simulation équilibre maintenant mieux la transformation de phase et la plasticité cristalline.



Figure 5.8 – Comparaison des figures de Pôle et section de la F.D.O. à φ<sub>2</sub>=45° relatives aux textures austénitiques expérimentales et simulées à 10% de déformation utilisant les déformations de transformation établies par Kelly.

- a) Expérimentales.
- b) Simulées.

#### 5.2.3. Texture martensitique

Dans les simulations présentées ci-dessus nous n'avons pas abordé les résultats concernant les textures martensitiques. Pour la première simulation, la transformation de phase n'étant pas activée sur les bonnes orientations  $\gamma$  de départ, la texture martensitique en est directement affectée et ne présente aucune similarité avec la texture expérimentale.

Pour la seconde simulation, la texture simulée est un peu plus proche de celle expérimentale mais n'est pas satisfaisante. Le modèle micro-mécanique semble effectuer une sélection de variante trop stricte sur les variantes de martensite présélectionnées par la plasticité cristalline. Cette sélection de variante est réalisée en deux étapes successives, il semblerait que ce soit l'analyse combinatoire qui restreint le nombre de variantes de martensite activées. Cette analyse combinatoire est essentielle au fonctionnement du programme puisqu'elle assure la cohérence des déformations inélastiques du grain. Par conséquent, cette partie du programme est difficilement modifiable.

# **CONCLUSION**

Nous avons utilisé un modèle micro-mécanique à transition d'échelles pour simuler le comportement mécanique et les évolutions de texture austénitique de l'acier AISI 304. Dans ce modèle, la transformation de phase repose sur la germination de variantes de martensite. La déformation de transformation est considérée comme un cisaillement le long d'un plan d'habitat déduit par la théorie phénoménologique. En tenant compte des considérations faites dans le chapitre 4, nous avons simulé le comportement et les évolutions de texture de l'acier AISI 304 avec deux déformations de transformations différentes. La première déformation de transformation de transformation simulé le comportement et les évolutions de texture de l'acier AISI 304 avec deux déformations de transformations différentes. La première déformation de transformation est calculée en considérant que la transformation de phase s'effectue de la phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$  sans influence des bandes de glissement ou de la martensite  $\varepsilon$ . La seconde déformation de transformation est déduite de la théorie phénoménologique en tenant compte des bandes de glissement ou de la martensite  $\varepsilon$ . La seconde déformation de transformation est déduite de la théorie phénoménologique en tenant compte des bandes de glissement ou de la martensite  $\varepsilon$ .

Les simulations utilisant la première approche reproduisent correctement la courbe de traction et la cinétique de transformation, cependant la transformation de phase n'est pas correctement simulée à l'échelle locale. En effet, les orientations  $\gamma$  se transformant majoritairement dans la simulation ne sont pas celles observées expérimentalement. Dans cette simulation l'équilibre entre la plasticité et la transformation de phase est mal réalisé.

La simulation utilisant la seconde classe de variantes rétablit cet équilibre, les composantes de texture se transformant majoritairement sont celles observées expérimentalement. De plus, la courbe de traction est tout aussi bien reproduite que dans la première simulation.

Les textures de la martensite  $\alpha$ ' ne sont pas satisfaisantes dans les deux simulations. Il est nécessaire de modifier l'algorithme de sélection de variantes effectué dans le modèle micromécanique si l'on veut simuler correctement les textures martensitiques. De plus, nous devons également considérer que l'hypothèse d'une martensite indéformable est une hypothèse forte du modèle.

On peut conclure de ce chapitre, qu'il est nécessaire de prendre en compte au mieux le phénomène d'apparition des bandes de glissement et de la martensite  $\varepsilon$  dans les modèles.

Il est établi que ces bandes de glissement jouent un rôle important sur la transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . Nous présenterons dans le prochain chapitre un modèle micro-mécanique, élaboré dans le cadre de ce travail, où l'on considère que l'activité plastique est à l'origine de la formation des bandes de glissement et de la martensite  $\varepsilon$ . De nombreuses améliorations seront également proposées. Le modèle sera formulé en grandes déformations des textures martensitiques et de réduire significativement les temps de calculs.

### REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- [Bum99] Bumbieler, F., Mise en évidence de l'effet TRIP sur un acier Fe-0.2C-1.5Mn-1.5Si – Comparaison avec un modèle micromécanique. *Thèse de doctorat*, *Université de Metz*. (1999)
- [Che00] Cherkaoui, M., Berveiller, M., Lemoine, X., Couplings between plasticity and martensitic phase transformation : overall behavior of polycrystalline TRIP steels. *Int. J. Plast.*, **16**, 1215 (2000)
- [Che98] Cherkaoui, M., Berveiller, M., Sabar, H., Micromechanical modeling of martensitic transformation induced plasticity (TRIP) in austenitic single crystals. *Int. J. Plast.*, **14**, 597 (1998)
- [Fra80] Franciosi, P., Berveiller, M., Zaoui, A., Acta Metall., 28, 273, (1980)
- [Gun62] Guntner C.J. et Reed R.P., *Trans. Am. Soc. Metals* 55, 399 (1962).
- [Had03] Hadamard J., Leçons sur la propagation des ondes et les équations de l'hydrodynamique, *cours du collège de France* (1903)
- [Kub03] Kubler R., Berveiller M., Cherkaoui M., Inal K., Transformation textures in unstable austenitic Steel, *J. Eng. Mat. and Tech.* **125**, 12, (2003)
- [Kub04] Kubler R., Etude du comportement des aciers à effet TRIP : approches micromécanique et phénoménologiques application à la mise en forme, *Thèse docteur-ingénieur*, *ENSAM Metz* (2004).
- [Lip93] Lipinski, P., Modélisation du comportement des métaux, en transformation élasto-plastiques finies, à partir des méthodes de transition d'échelles. *Thèse d'Etat, Université de Metz.* (1993)
- [Ngu93] Nguyen Q.S., bifurcation and Stability, Bifurcation and stability of dissipative systems, *Eds Nguyen Q.S., Springer Verlag*, New-York (1993).
- [Suz77] Suzuki T., Kojima H., Suzuki K., Hshimoto T., Ichihara M., An experimental study of the martensite nucleation and growth in 18/8 stainless steel, *Acta metal.* **25**, 1151, (1977).
- [Tam70] Tamura I., Maki T., Hato H., *Trans. I.S.I.J.* **10**, 163 (1970).

# - CHAPITRE 6 -

# Formulation et prédictions d'un modèle micromécanique en grandes déformations adapté à la transformation de phase dans les aciers austénitiques instables

6.1. Des	cription du modèle micro-mécanique	194
6.1.1.	Formalisme des grandes déformations	194
6.1.1.1	Description du mouvement	194
6.1.1.2	Contraintes et dérivée objective	197
6.1.2.	Modélisation du comportement du monocristal	198
6.1.2.1	Etude cinématique du cristal d'austénite	198
6.1.2.2	Expression des forces motrices et critiques	202
6.1.2.3	Evolution des variables internes.	207
6.1.2.4	Variables du modèle à comparer avec les résultats expérimentaux	210
6.2. Ca	pacités de prédiction du modèle micromécanique	212
6.2.1.	Simulation du comportement mécanique et des évolutions de texture à -60°C.	212
6.2.1.1	Identification des paramètres du modèle	212
6.2.1.2	Résultats de la simulation et discussion	214
6.2.2.	Simulation du comportement mécanique et des évolutions de texture à 20°C	221
6.2.2.1	Identification des paramètres du modèle.	221
6.2.2.2	Résultats de la simulation et discussion	222

Chapitre 6 – Formulation et prédictions d'un modèle micromécanique en grandes déformations adapté à la transformation de phase dans les aciers austénitiques instables

# **INTRODUCTION**

Les considérations faites dans les précédents chapitres nous ont permis d'élaborer un modèle micromécanique adapté au comportement des aciers austénitiques instables comme l'acier AISI 304. Ce modèle micromécanique a été développé en collaboration avec le Dr F. Abed Meraim et le Pr. T. Ben-Zineb du L.P.M.M. Il est formulé en grandes déformations et met en compétition la plasticité cristalline et la transformation de phase martensitique  $\alpha'$ . Il intègre également les différents mécanismes de déformation observés dans le chapitre 3. Les formations des fautes d'empilement, de la martensite ɛ et du maclage mécanique est prise en compte à travers l'activité plastique des systèmes de glissement  $\{111\} < 11-2>_{y}$ . Les résultats du chapitre 4 ont montré que les déformations de transformation proposées par Kelly, conduisent à une évaluation qualitative des textures martensitiques locales dans les composantes de texture austénitique de l'acier AISI 304, lorsque le mécanisme de présélection des plans  $\{111\}_{\gamma}$ , définissant chacun un jeu restreint de 6 variantes de martensite  $\alpha$ ', est pris en compte dans le modèle de sélection de variante. De plus, les résultats présentés dans le chapitre 5 ont montré que ces déformations, utilisées dans un modèle micromécanique, permettent de reproduire correctement les taux de transformation observés expérimentalement dans chaque composante de texture austénitique ainsi que les cinétiques de transformation et la courbe de traction. Nous nous baserons donc sur ces déformations pour modéliser le comportement de l'acier AISI 304. L'interaction entre les bandes de glissement (ce terme regroupant à la fois les fautes d'empilement, la martensite  $\varepsilon$  et les macles mécaniques) et la transformation de phase est prise en compte lors de la formulation de la force thermodynamique critique associée à la transformation de phase. Outre le fait d'améliorer les capacités de prédiction, nous nous sommes efforcés également d'optimiser l'algorithme de sélection de variantes et des systèmes de glissement afin de gagner en temps de calcul et ainsi de traiter des cas où la texture doit être représentée par un grand nombre d'orientations.

# 6.1. Description du modèle micro-mécanique

# 6.1.1. Formalisme des grandes déformations

# 6.1.1.1. Description du mouvement

Le formalisme d'un modèle micromécanique en grandes déformations dépend essentiellement de la description adoptée pour décrire les évolutions des variables du modèle. Classiquement, pour suivre l'évolution d'une particule P d'un corps C au cours de la déformation, on définit deux configurations :

- Une configuration de référence K<sub>0</sub> qui est celle du corps C à un instant t=0 choisi arbitrairement.
- Une configuration actuelle Kt qui est celle du corps C, à l'instant t.

On définit ensuite un repère cartésien  $R(I_1,I_2,I_3)$  où  $I_{j=1,3}$  sont les vecteurs de base du repère R. Dans ce repère, les coordonnées  $X_i=(X_1,X_2,X_3)$  décrivent la position  $M_0$  d'une particule P dans la configuration de référence. Similairement, les coordonnées  $x_i=(x_1,x_2,x_3)$  représentent la position  $M_t$  de la particule P du corps dans la configuration actuelle (figure 6.1).



Figure 6.1 – Définition des configurations de référence et actuelle d'une particule P et d'un corps C.

#### La description de Lagrange :

On peut décrire le mouvement du corps C par une transformation f, telle que la position actuelle  $M_t$  de la particule P soit exprimée en fonction des coordonnées cartésiennes de  $M_0$  dans la configuration de référence.

$$x_i = f(X_i, t) \tag{6.1}$$

On définit alors une application linéaire tangente aussi appelée gradient de transformation F telle que :

$$F_{ij} = \frac{\partial f(X_i, t)}{\partial X_i}$$
6.2

que l'on écrira également :

$$F_{ij} = \frac{\partial x_i(X_i, t)}{\partial X_j}$$
6.3

Cette description est dite lagrangienne.

#### La description d'Euler :

Lorsque la position de référence  $M_0$  d'une particule P est exprimée par rapport à la position actuelle  $M_t$ , la description est dite Eulerienne. On définit une transformation h telle que :

$$X_i = h(x_i, t) \tag{6.4}$$

Le gradient de déformation Eulerien  $H_{ij}$  s'écrit alors:

$$H_{ij} = \frac{\partial h(x_i, t)}{\partial x_i}$$
 ou  $H_{ij} = \frac{\partial X_i(x_i, t)}{\partial x_j}$  6.5

On remarque que F=H<sup>-1</sup>

La description lagrangienne réactualisée :

La description lagrangienne réactualisée est souvent utilisée pour les calculs numériques où la déformation est fréquemment décomposée en une succession de petit pas. Les configurations de référence et actuelle au premier pas sont alors très proches, et des simplifications numériques peuvent être alors réalisées. Afin de conserver ces simplifications, il est intéressant de réactualiser la configuration de référence à chaque pas, de telle sorte que la configuration de référence soit la dernière configuration rencontrée K<sub>t- $\delta t$ </sub> (figure 6.2). Avec ces hypothèses, les positions M<sub>0</sub> et M sont considérées comme très proches. Par conséquent, quand la simplification est intéressante, les gradients de déformation F et H peuvent être considérées comme égaux au tenseur identité. En revanche, les dérivées par rapport au temps de ces tenseurs ne sont pas considérées nulles :

$$F_{ij} \approx H_{ij} \approx \delta_{ij} \tag{6.6}$$

Chapitre 6 – Formulation et prédictions d'un modèle micromécanique en grandes déformations adapté à la transformation de phase dans les aciers austénitiques instables



Figure 6.2 – Description lagrangienne réactualisée du mouvement.

#### Gradient de vitesse de transformation :

La dérivée par rapport au temps du gradient de transformation joue un rôle important dans la description de l'évolution du corps C. Le champ de vitesse v d'une particule P est établie, dans le référentiel R, par la relation :

$$v_i(X_i, t) = \frac{\partial x_i(X_i, t)}{\partial t}$$
6.7

Le gradient de vitesse peut être alors décrit selon les deux descriptions de Lagrange et d'Euler, respectivement  $g^L$  et  $g^E$ , tel que :

$$g_{ij}^{L} = \frac{\partial v_i(X_i, t)}{\partial X_i} : g_{ij}^{E} = \frac{\partial v_i(X_i, t)}{\partial x_i}$$
6.8

On remarque alors que les deux gradients de vitesses sont liés par la relation :

$$g_{ij}^L = g_{ik}^E F_{kj} \tag{6.9}$$

Les gradients de vitesse peuvent être décomposés en une partie symétrique d et une partie antisymétrique w, qui représentent respectivement le tenseur de vitesse de déformation (ou tenseur des taux de déformation) et le tenseur de vitesse de rotation (ou tenseur des taux de rotation). L'expression de ces tenseurs en description d'Euler est :

$$d_{ij}^{E} = \frac{1}{2} \left( g_{ij}^{E} + g_{ji}^{E} \right)$$
  

$$w_{ij}^{E} = \frac{1}{2} \left( g_{ij}^{E} - g_{ji}^{E} \right)$$
  
6.10

On peut relier le gradient de vitesse d'Euler g<sup>E</sup> au gradient de transformation de Lagrange F :

$$g_{ij}^{E} = \dot{F}_{ik} . (F_{kj})^{-1}$$
6.11

#### 6.1.1.2. Contraintes et dérivées objectives

Considérons à un point M de coordonnée  $x_i$  de la configuration actuelle du corps C, un élément de surface dA, de normale extérieure  $u_i$ . On suppose qu'une force élémentaire dP s'applique sur cette surface. Le vecteur de contrainte ou la densité surfacique des efforts s'écrit alors :

$$t_i = \frac{dP_i}{dA} \tag{6.12}$$

Le tenseur des contraintes de Cauchy  $\sigma$  est défini dans la configuration actuelle par la relation :

$$t_i = \sigma_{ji} u_j \tag{6.13}$$

Notons que le tenseur de Cauchy est symétrique  $\sigma_{ij}=\sigma_{ji}$ .

Imaginons le transport fictif de la force élémentaire dP dans la configuration de référence tel que :

$$dP^0 = J.dP \tag{6.14}$$

avec 
$$J = \det(F) = \frac{dV}{dV^0}$$
 6.15

La contrainte nominale n de Kirchhoff est définie comme :

$$t_{i}^{K} = \frac{dP_{i}^{0}}{dA} = n_{ji}u_{j}$$
 6.16

avec V et  $V^0$ , les volumes du corps C respectivement dans la configuration actuelle et de référence, la contrainte de Cauchy et la contrainte nominale sont reliées par l'expression :

$$J\sigma_{ij} = F_{ik}n_{kj} \tag{6.17}$$

On remarque alors que dans le cas de la description lagrangienne réactualisée, F=I et J=1, ainsi cette relation se simplifie :

$$\sigma_{ij} = n_{ij} \tag{6.18}$$

Mais les incréments des contraintes restent différents et sont reliés par l'expression :

$$\dot{\sigma}_{ij} = \dot{n}_{ij} + g_{ik}\sigma_{kj} - \sigma_{ij}tr(g)$$
6.19

où tr(g)= $g_{11}+g_{22}+g_{33}$ 

Objectivité des grandeurs physiques :

Parmi les grandeurs physiques que l'on considère en mécanique, certaines sont fondamentalement les mêmes pour tous les observateurs (ex : la masse volumique), alors que d'autres ont des valeurs différentes suivant les observateurs (ex : le module des vitesses d'un corps si les deux observateurs sont en mouvement l'un par rapport à l'autre). Une grandeur physique est dite objective si elle est se déduit d'un référentiel à un autre par les opérations classiques de changement de base.

Cette objectivité est très importante dans un modèle formulé en grandes déformations. On peut montrer par exemple, que la dérivée par rapport au temps de la contrainte de Cauchy n'est pas objective. Afin de rétablir l'objectivité du taux de contrainte $\dot{\sigma}$ , plusieurs auteurs proposent des formules de dérivation [Lip86]. Nous allons retenir parmi elles, la dérivée corrotationnelle de la contrainte de Cauchy, qui s'exprime par :

$$\breve{\sigma}_{ij} = \dot{\sigma}_{ij} + w^e_{ik}\sigma_{kj} - \sigma_{ik}w^e_{kj} + \sigma_{ij}tr(g)$$
6.20

# 6.1.2. Modélisation du comportement du monocristal

### 6.1.2.1. Etude cinématique du cristal d'austénite

On se place dans une description de Lagrange réactualisée du mouvement et on considère un monocristal d'austénite soumis à un champ de contraintes  $\sigma(r)$ , où r est tout point du volume V du cristal. Dans le cadre des grandes déformations, la dérivée corrotationnelle de  $\sigma$  est reliée en tout point r au taux de déformation élastique d<sup>e</sup> par le tenseur élastique C(r).

$$\breve{\sigma}_{ii}(r) = C_{iikl}(r)d_{ii}^{e}(r)$$
6.21

Afin de déterminer le taux de déformation du grain et en particulier son taux de déformation inélastique, une étude similaire à celle présentée dans le chapitre 5, faisant intervenir la mobilité des interfaces entre l'austénite et la martensite, aurait pu être appliquée dans ce cadre. Afin d'alléger la présentation et pour ne pas effectuer les mêmes démonstrations que celles présentées dans le précédent chapitre, nous reprendrons les résultats de celui-ci en les adaptant, quand il y a lieu, au cas étudié.

Le taux de déformation d(r) du grain est, en tout point r, la somme de plusieurs contributions :

$$d_{ii}(r) = d_{ii}^{e}(r) + d_{ii}^{p}(r) + d_{ii}^{tr}(r)$$
6.22

où

 $d^{e}(r)$  est le taux de déformation élastique.

 $d^{p}(r)$  est le taux de déformation plastique.

 $d^{tr}(r)$  est le taux de déformation de transformation.

Le taux de déformation moyen dans le grain est défini par :

$$d_{ij} = \frac{1}{V} \int_{V} d_{ij}(r) \delta V$$
6.23

Même si l'on a montré l'influence de la plasticité de la martensite sur le comportement mécanique et sur les évolutions de textures martensitiques, nous la négligeons dans un premier temps. Nous considérons également que le taux de déformation élastique est le même dans l'austénite et dans la martensite. Avec ces hypothèses, le taux de déformation est :

$$d_{ij} = \frac{1}{V} \int (d_{ij}^{e}(r) + d_{ij}^{p}(r) + d_{ij}^{tr}(r)) \delta V = d_{ij}^{e} + (1 - f) d_{ij}^{p} + d_{ij}^{tr}$$

$$6.24$$

où f est la fraction de martensite transformée dans le grain.

De façon similaire, nous écrivons le taux de rotation w du grain :

$$w_{ij} = w_{ij}^e + (1 - f)w_{ij}^p + w_{ij}^{tr}$$
6.25

Taux de déformation et rotation plastique :

Les mécanismes de déformation plastique dans les aciers austénitiques sont principalement reliés à l'énergie de fautes d'empilement du matériau qui décroît avec la température. Dans ces aciers, les dislocations de vecteur de Burgers  $a_{\gamma}/2.<1-10>$  se déplaçant le long de plans  $\{111\}_{\gamma}$ , ont tendance à se dissocier en deux dislocations partielles de vecteur de Burgers  $a_{\gamma}/6.<11-2>$  telles que :

$$\frac{a}{2}[10\overline{1}]_{(111)} = \frac{a}{6}[11\overline{2}]_{(111)} + \frac{a}{6}[2\overline{1}\overline{1}]_{(111)}$$
6.26

Lorsque les deux dislocations partielles ne se succèdent pas, la première dislocation crée une faute d'empilement dans la succession des plans  $\{111\}_{\gamma}$  de l'austénite. Au cours de la déformation plastique, ces fautes d'empilements s'accumulent et forment suivant la température du matériau, de la martensite  $\varepsilon$  ou des micro-macles mécaniques. Pour tenir compte, dans le modèle, de ce mécanisme de dissociation, nous considérons la déformation plastique comme un glissement d'amplitude  $\gamma^g$  sur des systèmes de glissement  $\{111\}<11-2>_{\gamma}$ . Compte tenu de la symétrie cubique, il n'existe que 12 systèmes de glissement  $\{111\}<11-2>_{\gamma}$ . Nous considérons également les 12 systèmes de glissement d'amplet de directions opposées car si la direction de glissement [10-1] peut être décomposée en deux directions <11-2> (expression 6.26), la direction opposée [-101] l'est également, par la relation :

$$\frac{a}{2}[\overline{1}01]_{(111)} = \frac{a}{6}[\overline{1}\ \overline{1}2]_{(111)} + \frac{a}{6}[\overline{2}11]_{(111)}$$
6.27

Ces 12 systèmes de glissement ne conduisent pas à la formation de fautes d'empilement, de martensite  $\varepsilon$  ou de micro-macles (voir chapitre 1 §1.5).

Nous distinguons par la suite, les deux types de systèmes de glissement (tableau 6.1):

- les systèmes A qui conduisent parfois à la formation de bandes de glissement.

- les systèmes B qui ne conduisent pas à la formation de bandes de glissement.

Chapitre 6 – Formulation et prédictions d'un modèle micromécanique en grandes déformations adapté à la transformation de phase dans les aciers austénitiques instables

	N°	plan	direction
les de	1		1. 12.
	2	1. 1. 1.	12. 1.
ana	3		-2.1.1.
systèmes A nt à la formation de b glissement	4		-1. 12.
	5	-1.1.1.	-12.1.
	6		2.1.1.
	7		-112.
	8	-11.1.	-1.2.1.
	9		21.1.
uisa	10		112.
рио	11	11. 1.	1. 2. 1.
Ŭ	12		-21.1.
	13		-11.2.
ı de	14	1. 1. 1.	-1.21.
ution	15		211.
rmc ent	16		11.2.
<b>systèmes B</b> <i>Ne conduisant pas à la fo</i> <i>bandes de glissem</i>	17	-1.1.1.	1. 21.
	18		-211.
	19		1. 1. 2.
	20	-11.1.	121.
	21		-2. 11.
	22		-1. 1. 2.
	23	11.1.	-121
Ž	=0		

Tableau 6.1 – Classement des systèmes de glissement {111}<11-2> en fonction de leur aptitude à former des bandes de glissement.

Les taux de déformation et de rotation plastique ont pour expression :

$$d_{ij}^{p} = \sum_{g=1}^{N_{s}} R_{ij}^{g} \dot{\gamma}^{g}$$

$$w_{ij}^{p} = \sum_{g=1}^{N_{s}} S_{ij}^{g} \dot{\gamma}^{g}$$

$$6.28$$

où R<sup>g</sup> et S<sup>g</sup> sont les tenseurs de Schmid symétrique et antisymétrique définis par :

$$R_{ij}^{g} = \frac{1}{2} \left( M_{i}^{g} N_{j}^{g} + M_{j}^{g} N_{i}^{g} \right)$$
  

$$S_{ij}^{g} = \frac{1}{2} \left( M_{i}^{g} N_{j}^{g} - M_{j}^{g} N_{i}^{g} \right)$$
  
6.29

où  $\vec{N}^g = \{111\}/\sqrt{3}$ ,  $\vec{M}^g = <11-2>/\sqrt{6}$  ou <-1-12>/ $\sqrt{6}$  et Ns est le nombre de systèmes de glissement actifs.

Taux de déformation et rotation de transformation :

Nous avons montré, dans le chapitre 4 puis dans le chapitre 5, l'importance de prendre en compte l'influence des bandes de glissement dans le mécanisme de transformation de phase pour simuler avec fidélité, les textures des phases et le comportement mécanique de l'acier AISI 304. Dans le chapitre 4, nous avons montré que les sélections de variantes étaient très proches en utilisant les résultats de Kelly ou la double transformation de phase proposée par Humbert et al. La mise en œuvre de cette double transformation de phase est délicate dans le modèle micromécanique et engendre des temps de calcul importants. Nous préférons utiliser ici les 24 déformations de transformation  $\varepsilon^{trl}$  déduites de la théorie phénoménologique selon l'approche de Kelly qui ont permis de reproduire la courbe de traction et la texture austénitique expérimentale dans le chapitre 5.

Le taux de déformation et le taux de rotation de transformation produit par la formation de *Nv* variantes de martensite I sont définis par :

$$d_{ij}^{tr} = \sum_{I=1}^{Nv} \varepsilon_{ij}^{trI} \dot{f}^{I}$$

$$w_{ij}^{tr} = \sum_{I=1}^{Nv} \omega_{ij}^{trI} \dot{f}^{I}$$
6.30

où  $\varepsilon_{ij}^{m'}$  est la déformation engendrée par une variante I, définie par un cisaillement le long d'un plan d'habitat de normale  $\vec{n}^{I} = \{-1-12\}/\sqrt{6}$  dans la direction  $\vec{m}^{I} = [-0.81, 0.47, 0.35]_{\gamma}$  et d'amplitude s=0.212, et où  $\omega_{ij}^{m'}$  est la rotation inélastique produite par la formation de la variante I. Ils sont exprimés par :

$$\varepsilon_{ij}^{trI} = \frac{1}{2} s \left( m_i^I n_j^I + m_j^I n_i^I \right)$$
  

$$\omega_{ij}^{trI} = \frac{1}{2} s \left( m_i^I n_j^I - m_j^I n_i^I \right)$$
6.31

Finalement nous obtenons pour les taux de déformation et de rotation du monocristal :

$$d_{ij} = d_{ij}^{e} + (1 - f) \sum_{g=1}^{N_{s}} R_{ij}^{g} \dot{\gamma}^{g} + \sum_{I=1}^{N_{v}} \varepsilon_{ij}^{trI} \dot{f}^{I}$$

$$w_{ij} = w_{ij}^{e} + (1 - f) \sum_{g=1}^{N_{s}} S_{ij}^{g} \dot{\gamma}^{g} + \sum_{I=1}^{N_{v}} \omega_{ij}^{trI} \dot{f}^{I}$$

$$6.32$$

# 6.1.2.2. Expression des forces motrices et critiques associées à la plasticité et à la transformation de phase $\alpha$ '.

L'étude thermodynamique du système {Austénite + Martensite} permet d'établir les forces thermodynamiques motrices s'appliquant à la transformation de phase et à la plasticité cristalline. Dans la thermodynamique des phénomènes irréversibles, ces forces motrices sont comparées à des forces thermodynamiques critiques afin d'établir les lois d'évolution des variables internes du modèle. Pour exprimer les forces thermodynamiques motrices, nous proposons de reprendre les équations formulées dans le chapitre 5 §5.1.3 en adoptant des hypothèses simplificatrices. Nous construisons ensuite les forces thermodynamiques critiques à partir des observations expérimentales présentées dans le chapitre 3.

#### Forces motrices :

Nous négligeons dans ce modèle, les contraintes internes dans l'austénite produites par la formation de variantes de martensite. Ainsi la dissipation totale exprimée par la relation 5.63 est réduite à :

$$D = (1 - f)\overline{\sigma}_{ij} \sum_{g=1}^{N_s} R_{ij}^g \dot{\gamma}^g + \sum_{I=1}^{N_v} \left\{ \overline{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^{trI} - B(T - T_0) \right\} \dot{f}^I$$
6.33

avec  $\overline{\sigma}_{ij}$  la contrainte moyenne dans le grain.

Ainsi, si on exprime la dissipation en fonction des forces motrices F<sub>i</sub> agissant sur les variables internes du système, telles que

$$D = \sum_{i} F^{i} \dot{X}^{i}$$
 6.34

nous déduisons que la force motrice agissant sur la plasticité cristalline est la cission résolue sur chaque système de glissement cristallographique :

$$\tau^{g} = \overline{\sigma}_{ij} R^{g}_{ij} \tag{6.35}$$

De même pour la transformation de phase, la force motrice est la somme de deux contributions :

$$F^{I} = \overline{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^{trI} - B(T - T_0)$$

$$6.36$$

Le terme  $\overline{\sigma}_{ij} \varepsilon_{ij}^{trl}$  est la force mécanique apportée par les forces extérieures. Le terme B(T-T<sub>0</sub>) est l'énergie chimique du matériau, où T<sub>0</sub> est la température d'équilibre des énergies chimiques de la martensite et de l'austénite, T est la température de l'essai et B est une constante du matériau.

#### Définition de la force critique associée à la plasticité :

Comme dans le chapitre 5, les forces motrices doivent être comparées à des forces critiques.

Nous définissons la force critique  $\tau_c^g$  pour décrire l'écrouissage plastique de la phase austénitique. Cet écrouissage est principalement gouverné par l'énergie de fautes d'empilement, la densité de dislocations et le libre parcours moyen des dislocations mobiles. Il évolue donc avec la déformation. C'est pourquoi la matrice d'écrouissage que nous utilisons dans ce modèle évolue également avec la déformation. Elle est fonction de la restauration dynamique, du libre parcours moyen, et de la densité de dislocations qui évoluent dans les grains.

La matrice d'écrouissage choisie a été établie par Franciosi puis développée par Tabourot [Hoc99]. La cission critique pour un système de glissement g est donnée par l'expression :

$$\tau_{c}^{g} = \tau_{co}^{g} + \alpha . \mu . b \sqrt{\sum_{h=1}^{N_{s}} a^{gh} \rho^{h}(\gamma^{h})}$$
6.37

où,

 $\tau_{co}^{g}$  est la cission critique initiale à laquelle l'activation des systèmes de glissement est possible.

b est la norme du vecteur de Burgers.

 $\mu$  est le module de cisaillement.

 $\alpha$  est une constante se situant entre 0 et 0.5.

 $\rho^h$  est la densité de dislocations sur le système de glissement h.

a<sup>gh</sup> est la matrice d'interaction de Franciosi.

N<sub>s</sub> est le nombre de systèmes de glissement actifs.

En dérivant par rapport au temps l'expression 6.37, on obtient :

$$\dot{\tau}_{c}^{g} = \frac{\alpha \mu b}{2\sqrt{\sum_{k=1}^{n} a^{gk} \rho^{k}}} \sum_{h=1}^{n} a^{gh} \dot{\rho}^{h}$$
6.38

On peut voir dans cette expression que l'évolution du taux critique est liée à l'augmentation de la densité de dislocations dans le matériau. Le taux de la densité de dislocations est relié à la vitesse de glissement par l'équation 6.39, qui prend en compte à la fois le libre parcours moyen des dislocations, décrit par le terme  $L^g$  et la restauration dynamique des dislocations décrit par le terme  $2y_c \rho^g$ .

$$\dot{\rho}^g = \frac{1}{b} \left( \frac{1}{L^g} - 2y_c \rho^g \right) \dot{\gamma}^g \tag{6.39}$$

 $y_c$  est la distance d'annihilation critique des dislocations, c'est un terme d'adoucissement. L<sup>g</sup> est le libre parcours moyen des dislocations sur le système g. Sa valeur est proche de la taille du grain au début de la déformation. Il évolue ensuite suivant l'équation 6.40, où l'on peut

voir que, lorsque la densité de dislocation est grande aux grandes déformations,  $L_{\text{g}}$  tend vers zéro :

$$\frac{1}{L^g} = \frac{1}{D_{moy}} + \frac{\sqrt{\sum_{h \neq g} \rho^h}}{g_o}$$

$$6.40$$

 $g_o$  est un paramètre d'ajustement du modèle, il correspond au stockage des dislocations, plus il sera faible, plus le nombre de dislocations stockées sera élevé.

D<sub>moy</sub> est le diamètre moyen du grain austénitique dans son état initial (non transformé).

Finalement les expressions 6.38 et 6.39 peuvent être combinées pour exprimer la matrice d'écrouissage du matériau et le taux de la cission critique associés à la plasticité cristalline, de telle sorte que :

$$H^{gh} = \frac{\alpha \mu}{2\sqrt{\sum_{k=1}^{n} a^{gk} \rho^{k}}} a^{gh} \left(\frac{1}{L^{h}} - 2y_{c} \rho^{h}\right)$$
6.41

$$\dot{\tau}_{c}^{g} = \sum_{h=1}^{n} H^{gh} \dot{\gamma}^{h}$$
6.42

La matrice d'interaction de Franciosi  $a^{gh}$  est une matrice de 24 lignes et 24 colonnes (relatives aux 24 systèmes de glissement) dans laquelle nous ne trouvons que 3 valeurs distinctes:  $a_1$ ,  $a_2$ , et  $a_3$ . Chacun de ces paramètres traduit le type d'interactions qui existe entre les systèmes de glissement. Franciosi a regroupé ces interactions en 3 groupes :

- Interaction entre 2 systèmes identiques (décrit par le paramètre a<sub>1</sub>).
- Interaction entre 2 systèmes coplanaires (décrit par le paramètre a<sub>2</sub>).
- Interaction entre 2 systèmes non coplanaires (décrit par le paramètre a<sub>3</sub>).

Force critique associée à la transformation de phase martensitique  $\alpha'$ :

La force critique est la somme de trois contributions :

$$F_c^{I} = F_{c0}^{I} + F_{c1}^{I} + F_{c2}^{I}$$
6.43

 $F_{c0}$  est la force initiale critique que doit atteindre la force motrice pour activer la première variante de martensite lorsque la plasticité du matériau n'est pas activée. Le taux de cette force est nul.

La seconde force critique  $F_{c1}^{I}$  décrit l'auto-écrouissage des variantes de martensite entre elles, nous exprimons son taux grâce à une matrice d'écrouissage K<sup>IJ</sup> telle que :

$$\dot{F}_{c1}^{I} = \frac{K^{IJ} \dot{f}^{J}}{1 - f}$$
6.44

où f est la fraction volumique de martensite  $\alpha$ ' dans le grain :  $f = \sum_{I=1}^{N_{\nu}} f^{I}$ .

 $K^{IJ}$  est une matrice de 24 lignes et 24 colonnes (relatives aux 24 variantes) composée exclusivement de deux valeurs  $k_1$  et  $k_2$ :

- k<sub>1</sub> décrit l'interaction entre deux mêmes variantes.
- k<sub>2</sub> décrit l'interaction entre deux variantes différentes.

La forme de cette matrice est :

$$K^{IJ} = \begin{bmatrix} k_1 & k_2 & k_2 & \cdots \\ k_2 & k_1 & k_2 & \cdots \\ k_2 & k_2 & k_1 & \cdots \\ \vdots & \vdots & \vdots & \ddots \end{bmatrix}$$

$$6.45$$

La troisième force critique  $F_{c2}^{I}$  décrit l'influence de la plasticité sur la transformation. Nous faisons l'hypothèse que les bandes de glissement sont des sites de germination favorables à la formation de la martensite  $\alpha$ '. Ces bandes, composées de fautes d'empilement, de martensite  $\epsilon$  et/ou de micro-macles, sont formées à partir du mouvement de dislocations partielles de vecteur de Burgers a/6.<11-2> $\gamma$  sur des plans  $\{111\}_{\gamma}$ . A chaque bande de glissement est associé un plan  $\{111\}_{\gamma}$ . Un grain austénitique ne contenant que 4 plans  $\{111\}_{\gamma}$ , il ne peut exister par conséquent que 4 bandes de glissement *i* auxquelles nous affectons une fraction volumique  $f_{sb}^{i}$  (avec i=1,4) par rapport à l'austénite résiduelle.

$$f_{sb}^{i} = \frac{V_{sb}}{V_{\gamma}} \tag{6.46}$$

où  $V_{sb}$  est le volume des bandes de glissement et  $V_{\gamma}$  est le volume austénitique du grain.

On considère, dans le modèle, que le glissement sur un plan  $\{111\}_{\gamma}$  dans une des trois directions <11-2> produit une fraction volumique  $f_{sb}^i$  de bandes de glissement i parallèles à ce plan  $\{111\}_{\gamma}$ . Cette fraction volumique est la fraction volumique maximale théorique qui peut exister dans le matériau car dans la réalité certaines dislocations partielles s'associent pour restituer une dislocation parfaite et ne conduisent pas, par conséquent, à la formation d'une bande de glissement. La fraction volumique maximale  $f_{sb}^i$  d'une bande de glissement *i* est définie à partir de la somme des amplitudes de glissement plastique des 3 systèmes A coplanaires  $\{111\}<1-2>_{\gamma}$  (voir tableau 6.1). Si l'on suppose connue l'amplitude moyenne de glissement  $g_{sb}$  d'une bande de glissement, l'expression du taux de fraction volumique maximale d'une bande de glissement *i* s'écrit:

$$\dot{f}_{sb}^{i} = (1 - f_{sb}^{i}) \frac{\dot{\gamma}_{sb}^{i}}{g_{sb}}$$
6.47

où  $\dot{\gamma}_{sb}^i$  est la somme des taux de glissement des 3 systèmes de glissement A plastiques de même plan  $\{111\}_{\gamma}$  associé à la bande de glissement *i* :

$$\dot{\gamma}_{sb}^{i} = \sum_{hcop=1}^{3} \dot{\gamma}^{hcop} \tag{6.48}$$

avec *hcop*, les systèmes de glissement A de plans  $\{111\}_{\gamma}$  coplanaires.

Nous rappelons que les systèmes B (tableau 6.1) ne forment pas de fautes d'empilement, de martensite  $\varepsilon$  ou de macles. Néanmoins, nous discuterons le rôle de l'activité de ces systèmes sur la transformation de phase en analysant les résultats des simulations effectuées. Dans un premier temps, ces systèmes ne sont pas pris en compte dans le calcul de la fraction volumique des bandes de glissement.

Nous considérons que l'amplitude moyenne produite par une bande de glissement  $g_{sb}$  est proche de 0.35 lorsque les bandes sont composées majoritairement de fautes d'empilement et de martensite  $\varepsilon$ , comme c'est le cas à la température de -60°C pour l'acier AISI 304 (voir chapitre 3). Lorsque les bandes de glissement sont composées de micro-macles, ce qui est le cas à la température ambiante,  $g_{sb}$  est alors considérée proche de 0.70.

Une loi empirique est proposée par Olson et Cohen [Ols75], à partir de la fraction volumique maximale des bandes de glissement  $f_{sb}^{i}$ , pour définir la fraction volumique  $f_{sba'}^{i}$  des sites de germination favorables à la formation de la martensite  $\alpha'$ :

$$f_{sba'}^i = C(f_{sb}^i)^r \tag{6.49}$$

où C et r sont des paramètres d'ajustement du modèle.

Il a été observé par Kelly que les variantes de martensite qui se développent au contact des bandes de glissement sont majoritairement celles qui présentent un plan d'habitat  $\{-1-12\}_{\gamma}$  perpendiculaire au plan  $\{111\}_{\gamma}$  de la bande. On définit alors la seconde force thermodynamique critique de telle sorte qu'une variante I soit favorisée lorsque son plan d'habitat  $\{-1-12\}_{\gamma}$  est perpendiculaire à une bande de glissement *i* de fraction volumique  $f_{sb}^{i}$ . On relie alors la force thermodynamique associée à une variante I à la fraction volumique  $f_{sba'}^{i}$  par une loi linéaire :

$$F_{c2}^{I} = -\beta f_{sba'}^{i}$$

$$6.50$$

avec la condition que la variante I est un plan d'habitat perpendiculaire au plan  $\{111\}_{\gamma}$  de la bande de glissement *i*. Dans le cas contraire, la force thermodynamique  $F_{c2}^{I}$  est nulle. Le tableau 4.5 du chapitre 4 donne les jeux de 6 variantes de martensite  $\alpha'$  de plan d'habitat perpendiculaire aux plans  $\{111\}_{\gamma}$ . L'influence des bandes de glissement sur la transformation de phase est décrite à travers le paramètre  $\beta$ .

Le taux de cette force thermodynamique est ainsi défini par:

$$\dot{F}_{c2}^{I} = -\beta C.r.\dot{f}_{sb}^{i}.(f_{sb}^{i})^{r-1} = -\frac{\beta C.r}{g_{sb}} \exp(-\frac{\gamma_{sb}^{i}}{g_{sb}}).[1 - \exp(-\frac{\gamma_{sb}^{i}}{g_{sb}})]^{r-1}\dot{\gamma}_{sb}^{i}$$

$$6.51$$

Le taux de la force critique associée à la formation d'une variante de martensite  $\alpha$ ' *I* est finalement égal à:

$$\dot{F}_{c}^{I} = \frac{K^{IJ}\dot{f}^{J}}{1-f} - \frac{\beta C.r}{g_{sb}} \exp(-\frac{\gamma_{sb}^{i}}{g_{sb}}) [1 - \exp(-\frac{\gamma_{sb}^{i}}{g_{sb}})]^{r-1} \dot{\gamma}_{sb}^{i}$$

$$6.52$$

Dans le cas d'un refroidissement à déformation plastique nulle, l'activation d'une variante de martensite n'est possible que lorsque la température Ms est atteinte. La force critique initiale est calculée en égalant les forces motrices et critiques :

$$F_m = F_{c0}$$

$$F_{c0} = B(M_s - T_0)$$
6.53

#### 6.1.2.3. Evolution des variables internes

D'un point de vue théorique, un système ou une variante ne peut s'activer que si la force thermodynamique associée atteint la force critique et si son taux est positif.

L'évolution de la variable interne  $\gamma^g$  associée à la plasticité est ainsi conduite par la loi de cohérence suivante :

$$\dot{\gamma}^{g} = 0 \text{ si } \tau^{g} < \tau_{c}^{g}$$

$$\dot{\gamma}^{g} = 0 \text{ si } \tau^{g} = \tau_{c}^{g} \text{ et } \dot{\tau}^{g} < \dot{\tau}_{c}^{g}$$

$$\dot{\gamma}^{g} > 0 \text{ si } \tau^{g} = \tau_{c}^{g} \text{ et } \dot{\tau}^{g} = \dot{\tau}_{c}^{g}$$

$$6.54$$

De la même façon, l'évolution de la fraction volumique de martensite est régie par :

$$\dot{f}^{I} = 0 \text{ si } F^{I} < F_{c}^{I}$$

$$\dot{f}^{I} = 0 \text{ si } F^{I} = F_{c}^{I} \text{ et } \dot{F}^{I} < \dot{F}_{c}^{I}$$

$$\dot{f}^{I} > 0 \text{ si } F^{I} = F_{c}^{I} \text{ et } \dot{F}^{I} = \dot{F}_{c}^{I}$$

$$6.55$$

Cependant numériquement, l'aspect incrémental de la déformation nous oblige à adapter ces lois de cohérence. La sélection des systèmes de glissement et des variantes de martensite est effectuée, à chaque pas de déformation, de cette façon:

- a) Pour les 24 systèmes g et les 24 variantes I, nous calculons  $\tau^g$  (eq. 6.35) et  $F^I$  (eq. 6.36), puis leur taux  $\dot{\tau}^g$  et  $\dot{F}^I$ :
  - Si  $\tau^g = \tau^g_c$  et  $\dot{\tau}^g$  est positif, le système g est considéré comme potentiellement actif.

- Si  $F^I = F_c$  et  $\dot{F}^I$  est positif, la variante I est considérée comme potentiellement active.
- b) Avec les systèmes et variantes potentiellement actifs, nous résolvons le système d'équations suivant :

$$\begin{cases} \dot{F}^{I} = \dot{F}_{c}^{I} \\ \dot{\tau}^{g} = \dot{\tau}_{c}^{g} \\ \breve{\sigma}_{ij} = C_{ijkl} d_{ij}^{e} \end{cases}$$

$$6.56$$

En utilisant les équations 6.32, 6.42 et 6.52, le système peut se réécrire en fonction des variables internes et de pilotages du modèle :

$$\begin{cases} \dot{f}^{I} = \widetilde{G}_{rs}^{I} g_{rs} + O^{I} \dot{T} \\ \dot{\gamma}^{g} = \widetilde{M}_{rs}^{g} g_{rs} + B^{g} \dot{T} \\ \dot{n}_{ij} = L_{ijrs} g_{rs} + m_{ij} \dot{T} \end{cases}$$

$$6.57$$

où  $g_{rs}$  et  $\dot{T}$  sont respectivement le gradient de transformation et l'incrément de température. L<sub>ijrs</sub> et  $m_{ij}$  sont les modules tangents reliant la contrainte nominale  $\dot{n}$  aux variables de contrôle  $g_{rs}$  et  $\dot{T}$ .

 $\widetilde{G}_{rs}^{I}$  et  $O^{I}$  sont des tenseurs reliant le taux de la fraction volumique de martensite  $\alpha$ ' aux variables de contrôle  $g_{rs}$  et  $\dot{T}$ .

 $\widetilde{M}_{rs}^{g}$  et  $B^{g}$  sont des tenseurs reliant la vitesse de glissement des systèmes de glissement aux variables de contrôle  $g_{rs}$  et  $\dot{T}$ .

Ces différents tenseurs ne seront pas ici littéralement explicités car leurs expressions sont longues et complexes.

c) Nous ne retenons que les systèmes et variantes pour lesquels les variables  $\dot{\gamma}^g$  et  $\dot{f}^I$  sont positives. Les autres variables  $\dot{\gamma}^g$  et  $\dot{f}^I$  sont remises à zéro et les systèmes et variantes correspondants sont retirés de la liste des potentiellement actifs.

On recommence, autant de fois que nécessaire, la résolution du système de l'étape b) puis l'étape c) jusqu'à ce qu'aucune variable interne  $\dot{\gamma}^g$  ou  $\dot{f}^I$  ne soit négative ou nulle à l'issue de b). Les systèmes de glissement et variantes, vérifiant  $\dot{\gamma}^g > 0$  ou  $\dot{f}^I > 0$  à la fin de ce processus, sont alors activés dans le modèle. Nous proposons ainsi une sélection sans effectuer une analyse combinatoire comme dans le chapitre 5. Ce nouvel algorithme a été testé et validé par Lorrain [Lor04]. Il nous a permis de gagner 50% de temps de calcul.

L'algorithme simplifié du programme est présenté sur la figure 6.3. Le schéma d'intégration est un schéma de type Runge Kutta 4.

Chapitre 6 – Formulation et prédictions d'un modèle micromécanique en grandes déformations adapté à la transformation de phase dans les aciers austénitiques instables



Figure 6.3 – Algorithme simplifié du programme.

# 6.1.2.4. Variables du modèle à comparer avec les résultats expérimentaux.

Nous établissons, ici la liste des variables du modèle qui seront comparées avec les résultats expérimentaux.

#### La courbe de traction

La courbe de traction simulée représente l'évolution de la contrainte équivalente de Cauchy (au sens de Von Mises) en fonction de la déformation équivalente :

La contrainte équivalente est égale à :

$$\sigma_{eq} = \sqrt{\frac{3}{2} s_{ij} s_{ij}}$$

$$6.58$$

avec s<sub>ij</sub> le déviateur des contraintes :

$$s_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3}\sigma_{kk} \tag{6.59}$$

La déformation équivalente est calculée par l'expression :

$$\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}\varepsilon_{ij}\varepsilon_{ij}}$$

$$6.60$$

avec  $\varepsilon_{ij} = \int_{0}^{t} d_{ij} \delta t$ 

#### La cinétique de transformation

Elle exprime le taux de transformation de phase martensitique  $\alpha$ ' en fonction de la déformation équivalente.

$$f = g(\varepsilon_{eq}) \tag{6.61}$$

La fraction volumique maximale théorique de bandes de glissement

La fraction volumique de bandes de glissement  $f_{sb}^{grain}$  dans le grain est calculée par l'expression :

$$f_{sb}^{grain} = \sum_{i=1}^{4} (1-f) f_{sb}^{i}$$
6.62

où f est la fraction volumique de martensite dans le grain.

La fraction volumique totale  $f_{sb}^{M}$  dans le matériau est calculée par l'expression :

$$f_{sb}^{M} = \sum_{g=1}^{N} f^{grain} f_{sb}^{grain}$$

$$6.63$$

avec n, le nombre de grains du polycristal et  $f^{grain}$ , la fraction volumique du grain dans le polycristal.

#### La fraction volumique de sites de germination dans le matériau

Elle est calculée par l'expression :

$$f_{sba'}^{M} = \sum_{g=1}^{N} f^{grain} \left[ \sum_{i=1}^{4} (1-f) \cdot f_{sba'}^{i} \right]$$
6.64

Evolutions des orientations austénitiques

L'évolution de l'orientation d'un grain est calculée à partir du taux de rotation élastique  $w^e$ .

$$w^e = w - w^p \tag{6.65}$$

Si l'orientation cristallographique  $g^{\gamma}$  d'un grain austénitique est définie à partir des angles d'Euler, alors l'incrément de ces angles est donné par les relations :

$$\dot{\phi}_{1} = w_{21}^{e} - \dot{\phi}_{2} \cos \phi$$
  
$$\dot{\phi} = \cos \phi_{1} w_{32}^{e} + \sin \phi_{1} w_{13}^{e}$$
  
$$\dot{\phi}_{2} = \frac{\sin \phi_{1}}{\sin \phi} w_{32}^{e} - \frac{\cos \phi_{1}}{\sin \phi} w_{13}^{e}$$
  
$$6.66$$

Evolution des orientations martensitiques

L'orientation  $g^{\alpha'}$  d'une variante est définie dans le référentiel du grain austénitique  $R_{\gamma}$  à partir d'une relation d'orientation entre les deux phases. Cette relation d'orientation peut être représentée par une matrice de passage  $\Delta_g^{\gamma \leftarrow \alpha'}$  du référentiel lié au réseau martensitique de la variante  $\alpha'$  au référentiel austénitique. L'orientation des 24 variantes de martensite est déduite dans le référentiel du grain austénitique  $R_{\gamma}$  en appliquant les éléments de symétrie cubique  $C_{I}$ (voir annexes du chapitre 5):

$$g_{/R_{\gamma}}^{I\alpha'} = C_I \cdot \Delta_g^{\gamma \leftarrow \alpha'} \tag{6.67}$$

Dans le référentiel macroscopique K<sub>M</sub>, la variante I a pour orientation :

$$g_{/K_M}^{I\alpha'} = g^{\gamma} \cdot g_{/R_{\gamma}}^{I\alpha'} = g^{\gamma} \cdot C_I \cdot \Delta_g^{\gamma \leftarrow \alpha'}$$

$$6.68$$

#### Détermination des textures

Nous définissons une gaussienne centrée sur chaque orientation ( $\gamma$  ou  $\alpha$ ') à laquelle nous donnons une largeur à mi-hauteur. La fonction de texture f(g) (voir chapitre 2 §2.3) de la phase considérée est alors la superposition des gaussiennes de cette phase.

# 6.2. Capacités de prédiction du modèle micromécanique

Le modèle décrit ci-dessus est développé pour un monocristal. Afin de l'appliquer à un agrégat polycristallin, nous considérons que l'incrément de déformation appliqué au polycristal est identique à celui appliqué à chaque grain. Ceci va nous permettre de tester les capacités de prédiction du modèle dans un cadre où le comportement de chaque composante de texture ou de chaque grain peut être simulé individuellement. Par la suite, si les résultats exposés ici montrent que cette hypothèse est trop simplificatrice, nous adapterons une méthode auto-cohérente pour mieux prendre en compte les interactions entre les grains.

L'implémentation du modèle a été effectuée parallèlement à la rédaction de ce manuscrit. Par conséquent nous présentons ici les premiers résultats des simulations effectuées avec ce modèle. Nous sommes conscients que l'ensemble des résultats demande encore beaucoup de travail en terme de traitement et d'interprétation mais nous partageons ici les résultats des premières prévisions.

# 6.2.1. Simulation du comportement mécanique et des évolutions de texture de l'acier AISI 304 à la température de –60°C

Nous présentons, dans une première partie, une simulation où l'on considère que seuls les systèmes de glissement A favorisent la transformation de phase, ce qui est souvent exprimé dans la littérature. Après avoir discuté ces premiers résultats, il semble nécessaire de faire jouer un rôle aux systèmes de glissement B dans la germination de la martensite  $\alpha$ '. Une seconde simulation est alors réalisée dans ce sens et les résultats montrent qu'à la température de  $-60^{\circ}$ C, le modèle présente des capacités de prédiction encourageantes.

## 6.2.1.1. Identification des paramètres du modèle

Dans un premier temps, les paramètres du modèle sont identifiés. Aucune mesure ou expérience additionnelle à l'étude présentée dans le chapitre 3 n'a été réalisée pour cela. Les paramètres ont, soient été identifiés à partir de l'étude expérimentale réalisée dans cette thèse, soient trouvés dans la littérature, soient estimés par une méthode d'essais et d'erreurs visant à ajuster les résultats des prédictions avec les résultats expérimentaux.

#### Paramètres liés à la plasticité cristalline

La cission critique initiale est calculée comme dans le chapitre 5 (voir eq. 5.102), elle a ici la même valeur, soit :

 $\tau_{c0}=120MPa$ 

La déformation plastique est la conséquence du glissement de dislocations partielles de vecteurs de Burger  $a_{\gamma}/6.<11-2>$  sur des plans  $\{111\}_{\gamma}$ . Par conséquent, la norme du vecteur de Burgers b est égale à :

$$b = \frac{a_{\gamma}\sqrt{6}}{6} = 0.146 \text{ nm}$$

Les valeurs approximatives du module d'élasticité, du coefficient de Poisson et du module de cisaillement de l'acier AISI 304 ont été trouvées sur le site Internet www.matweb.com qui est une base de données des caractéristiques mécaniques des matériaux.

Le module de Young a été comparé à la valeur expérimentale calculée à partir de la courbe de traction, nous l'estimons à:

En considérant que le coefficient de Poisson est égal à celui donné sur le site Internet:

v=0.3le module de cisaillement peut être calculé par la formule:

$$\mu = \frac{E}{2(1+\nu)}$$
soit  $\mu = 8.10^4$  MPa

Le diamètre moyen des grains austénitiques est mesuré expérimentalement à partir des cartographies E.B.S.D.:

$$D_{mov}=20 \ \mu m$$

La distance d'annihilation critique des dislocations et les coefficients  $a_i$  de la matrice d'écrouissage de Franciosi sont tirés de la littérature dans [Hoc99] et [Lor04], ils ont pour valeurs :

$$Y_c$$
=1.5 nm  
a<sub>1</sub>=1.1 a<sub>2</sub>=2.5 a<sub>3</sub>=3.3

La densité de dislocations est une donnée impossible à obtenir dans la littérature puisqu'elle dépend de l'état d'écrouissage et par conséquent du processus de fabrication du matériau. Nous n'avons pas mesuré la densité de dislocation de l'acier dans son état initial, ce paramètre nous a servi de paramètre d'ajustement et a été identifié par une méthode d'erreurs et d'essais à

$$\rho_0 = 5.10^{10} \text{ m}^{-2}$$

Le paramètre  $g_0$ , reflétant l'intensité du stockage des dislocations et le paramètre  $\alpha$  sont également utilisés comme paramètres d'ajustement et sont fixés à :
#### Paramètres liés à la transformation de phase

Quand la transformation est induite par la plasticité, comme c'est le cas pour l'acier AISI 304 à la température de -60°C, la transformation débute lorsque la force motrice  $F_m^I = \sigma$  : $\epsilon^{trI}$  de la variante *I* la mieux orientée par rapport à la contrainte atteint la force critique  $F_c^I = F_{c0}^I + F_{c2}^I$ . La force critique  $F_{c2}^I$  décrit l'influence des bandes de glissement sur la germination et l'évolution de la fraction volumique de la variante *I*. A cette température, nous avons observé expérimentalement que de la martensite  $\epsilon$  est présente dans les bandes de glissement. On suppose alors que l'amplitude moyenne de glissement d'une bande de déformation est celle produite par la formation de la martensite  $\epsilon$ , c'est à dire:

gsb=0.35

Les paramètres C et r définissant la force  $F_{c2}^{I}$  sont ajustés par méthode d'essais et d'erreurs pour que l'évolution de la fraction volumique des sites de germination suive la même tendance que celle de la fraction volumique de la martensite  $\varepsilon$ :

Finalement,  $\beta$  est ajusté pour reproduire la cinétique de transformation de la martensite  $\alpha$ '.

$$\beta = 3000 \text{J/m}^3$$
.

La température Ms n'a pas été expérimentalement définie mais la trempe d'un échantillon de l'acier 304 dans l'azote liquide n'a pas permis de le transformer. Nous en déduisons alors que la température Ms est inférieure à la température de  $-196^{\circ}$ C (77K) de l'azote liquide. Nous estimons alors Ms à 73K soit 4 degrés en dessous de la température de l'azote liquide. La température de l'essai est de 213K (-60°C). Le paramètre B permet de déterminer la force critique initiale  $F_{c0}$ . Il est ajusté à la fois pour faire débuter la transformation de phase à 3% de déformation et pour contrôler la transformation de phase des variantes I ayant une force critique  $F_{c2}^{I}$  nulle. En effet lorsqu'un plan  $\{111\}_{\gamma}$  n'est pas activé par la plasticité,  $F_{c2}^{I}$  est nulle pour 6 variantes I de martensite  $\alpha'$ . L'activation d'une de ces variantes est effective lorsque la force motrice  $F_{m}^{I} = F_{c0}$ . Le paramètre B permet alors d'ajuster le seuil d'activation  $F_{c0}$  de ces variantes. Il est fixé dans le modèle à 2 J/(K°.m<sup>3</sup>).

$$F_{c0}=B(T-Ms)=280J/m^{3}$$

Les valeurs des paramètres  $k_i$ , constituant la matrice d'écrouissage des variantes de martensite, sont fixées à  $k_1$ =450 J/m<sup>3</sup> et  $k_2$ =360 J/m<sup>3</sup>. Ils ont été déterminés par méthode d'erreurs et d'essais en ajustant la courbe de traction simulée après 10% de déformation et de la cinétique de transformation simulée sur les courbes expérimentales.

#### 6.2.1.2. Résultats de la simulation et discussion

Nous allons comparer, dans cette partie, les résultats des prédictions avec les résultats expérimentaux en se gardant dans un premier temps de les interpréter. Nous ouvrirons ensuite une discussion pour les interpréter et trouver des alternatives aux problèmes soulevés.

#### Courbe de traction et cinétique de transformation

La figure 6.4 présente la courbe de traction et la cinétique de transformation simulées. Nous présentons également l'évolution des fractions volumiques maximales des bandes de glissement et des sites de germination simulés. On constate sur la figure 6.4 que la simulation reproduit fidèlement la courbe de traction expérimentale jusqu'à 15% de déformation puis diverge. La cinétique de transformation expérimentale est quelque peu sous-estimée par la simulation. Cependant la tendance est correctement reproduite. On constate également que le modèle prédit bien une diminution des fractions volumiques de bandes de glissement et des sites de germination après 12% de déformation ce qui est observée expérimentalement pour la martensite  $\varepsilon$ . Notons cependant que les 2 courbes d'évolutions des fractions volumiques de bandes de glissement et de sites de germination ne sont pas directement comparables à la fraction volumique de martensite  $\varepsilon$ . En effet, nous considérons dans le modèle que les bandes de glissement sont constituées de martensite  $\varepsilon$  et d'austénite fautée.



Figure 6.4- Comparaison des courbes de tractions et des cinétiques de transformation de phase simulées et expérimentales de l'acier AISI 304 à la température de –60°C.

#### Texture austénitique globale

La texture austénitique simulée à 20% de déformation est comparée à la texture expérimentale sur la figure 6.5. Nous pouvons voir en comparant les sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° que les composantes Laiton tourné et Cuivre de l'austénite présentes dans la texture expérimentale ne le sont pas dans la simulation.

#### Texture martensitique globale

La texture globale martensitique simulée est comparée à la texture expérimentale à la déformation de 20% (figure 6.6). On constate que la texture globale simulée est assez proche de la texture martensitique expérimentale.



Figure 6.5- Comparaison des figures de pôles et sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives à la texture austénitique simulée et expérimentale de l'acier AISI 304 à la température de -60°C, en considérant que la transformation de phase peut être favorisée que par les 12 systèmes de glissement A du tableau 6.1.

- a) Texture expérimentale à 20% de déformation.
- b) Texture simulée à 20% de déformation.



Figure 6.6- Comparaison des figures de pôles et sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives à la texture martensitique simulée et expérimentale de l'acier AISI 304 à la température de -60°C, en considérant que la transformation de phase peut être favorisée que par les 12 systèmes de glissement A du tableau 6.1.

- a) Texture expérimentale 20% de déformation.
- b) Texture simulée à 20% de déformation.

#### Discussion

La simulation reproduit qualitativement la courbe de traction, la cinétique de transformation et les textures martensitiques expérimentales de l'acier AISI304 à la température de -60°C. Cependant les textures austénitiques simulées sont très éloignées des textures austénitiques expérimentales. Les composantes Laiton tourné et Cuivre ont disparu dans la simulation. Dans la simulation, les grains austénitiques appartenant à ces composantes se sont transformés à 93% en martensite  $\alpha$ '. Dans le même temps, les composantes Goss et Cube ne se sont pratiquement pas transformées, les grains appartenant à ces composantes présentent une fraction volumique de martensite inférieure à 5%. Ceci explique alors la disparition des composantes Laiton tourné et Cuivre sur la section de la F.D.O. austénitique simulée. L'analyse des données de la simulation pour les composantes cube et Goss ont montré que le faible taux de transformation simulé de ces composantes est dû au fait que les systèmes de glissement de type B (qui ne conduisent pas à la formation de bandes de glissement) sont les seuls actifs pour ces composantes. Les systèmes de type A n'étant pas activés, la transformation de phase n'est pas favorisée dans ces grains.

Plusieurs raisons peuvent expliquer pourquoi le modèle ne prédit pas l'activité plastique réellement observée dans les composantes de textures Cube et Goss.

La première est peut être l'inaptitude du modèle à estimer l'état de contrainte locale dans les grains car on suppose que la déformation dans les grains est la même que celle appliquée au polycristal (comme dans les modèles de Taylor). Afin de palier à ce défaut, nous envisageons d'adapter au modèle une méthode auto-cohérente pour réaliser la transition d'échelle polycristal-grain. Cette méthode est reconnue pour mieux estimer l'état de contrainte au niveau local. Ce travail est actuellement en cours de réalisation et ne permet pas encore de présenter des résultats tangibles.

Une autre explication possible est que nous avons sous-estimé la complexité des processus de déformation mis en jeu dans la réalité. Dans le chapitre précédent, lorsque nous utilisions CRYSTRIP lors de la seconde simulation (§5.2.2), nous avons fait l'hypothèse que les 24 systèmes de glissement (A+B) « favorisaient » la formation de martensite  $\alpha$ ', sans pour autant en justifier les raisons. Les résultats des simulations avec CRYSTRIP, dans ce cas, sont très satisfaisants et reproduisent correctement les textures austénitiques. Cependant, cette hypothèse n'est pas expérimentalement établie. De nombreuses publications montrent que seuls les systèmes de glissement A peuvent créer des macles, de la martensite  $\varepsilon$  ou des fautes d'empilement. Ce sont d'ailleurs ces publications qui ont guidé notre choix quant à ne prendre en compte que les systèmes de glissement A formant des bandes de glissement.

Nous proposons d'étudier les capacités de prédiction de ce modèle lorsque les 24 systèmes de glissement (A+B) favorisent la germination des variantes de martensite  $\alpha$ '. Nous faisons alors l'hypothèse que les systèmes de glissement B créent également des bandes de glissement. Cependant, pour une amplitude de glissement plastique identique, nous imposons que les systèmes B produisent une fraction volumique de bandes de glissement inférieure aux systèmes A. Cette condition est imposée afin de conserver en priorité une fraction volumique de bandes de glissement majoritairement produite par l'activité plastique des systèmes A plutôt que par celle des systèmes B. Cette condition peut être aisément traduite par une amplitude de glissement moyenne  $g_{sb}^2$  différente et plus grande pour les bandes de glissement créées à partir des systèmes B que pour les autres bandes.

L'expression du taux de fraction volumique d'une bande de glissement i est maintenant définie comme:

$$\dot{f}_{sb}^{i} = (1 - f_{sb}^{i}) \left( \frac{\dot{\gamma}_{sb}^{1i}}{g_{sb}^{1}} + \frac{\dot{\gamma}_{sb}^{2i}}{g_{sb}^{2}} \right)$$
6.69

 $\dot{\gamma}_{sb}^{1i}$  est la somme des taux de glissement des 3 systèmes de glissement plastiques A de même plan  $\{111\}_{\gamma}$  parallèle à la bande de glissement *i* et  $g_{sb}^{1}$  est l'amplitude moyenne de glissement produite par la formation d'une bande de glissement créée à partir des systèmes A.

 $\dot{\gamma}_{sb}^{2i}$  est la somme des taux de glissement des 3 systèmes de glissement plastiques B de même plan  $\{111\}_{\gamma}$  parallèle à la bande de glissement *i* et  $g_{sb}^2$  est l'amplitude moyenne de glissement produite par la formation d'une bande de glissement créée à partir des systèmes B.

Le paramètre  $g_{sb}$  est donc fixé différemment suivant le système de glissement activé : Pour les systèmes A, il reste à la valeur de  $g_{sb}^1 = 0.35$ 

Pour les systèmes B, il est fixé à la valeur de  $g_{sb}^2 = 0.6$ 

#### Texture austénitique globale

Dans ces conditions, les composantes Cube et Goss présentent des taux de transformation plus importants. Les systèmes de glissement B restent toujours les systèmes les plus actifs mais, favorisant maintenant la transformation de phase, ils permettent d'obtenir un taux de transformation de phase de 30% dans ces composantes. La texture austénitique simulée à 20% de déformation est comparée à la texture expérimentale sur la figure 6.7. Nous observons que les composantes Laiton tourné et Cuivre sont maintenant présentes sur la section de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45°. Ces deux composantes sont moins transformées dans cette simulation que dans la précédente, le taux de martensite à 20% de déformation est de 70%.

#### Texture martensitique globale

La texture martensitique globale simulée (figure 6.8) est très proche de celle calculée dans la simulation précédente (figure 6.6). Pour cette texture, il n'y a pas de différence notable entre la simulation réalisée ici et la précédente. Les taux de transformation plus importants des composantes Cube et Goss dans cette simulation n'améliorent pas la texture martensitique globale. La texture martensitique simulée reproduit qualitativement la texture expérimentale.

Chapitre 6 – Formulation et prédictions d'un modèle micromécanique en grandes déformations adapté à la transformation de phase dans les aciers austénitiques instables

a)



Figure 6.7- Comparaison des figures de pôles et sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives à la texture austénitique simulée et expérimentale à 20% de l'acier AISI 304 à la température de -60°C, considérant que la transformation de phase peut être favorisée par les 24 systèmes de glissement (A et B).

- a) Texture expérimentale à 20% de déformation.
- b) Texture simulée à 20% de déformation.



Figure 6.8- Comparaison des figures de pôles et sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives à la texture martensitique simulée et expérimentale de l'acier AISI 304 à la température de -60°C, en considérant que la transformation de phase peut être favorisée par 24 systèmes de glissement {111}<11-2> (A et B).

- a) Texture expérimentale à 20% de déformation.
- b) Texture simulée à 20% de déformation.

#### Courbe de traction et cinétique de transformation

Finalement, nous comparons les courbes de traction et les cinétiques de transformation simulée et expérimentale, et présentons les évolutions de la fraction volumique maximale théorique de bandes de glissement et de sites de germination simulées (figure 6.9). La courbe de traction simulée est très proche de la courbe expérimentale et diverge maintenant à 18% de déformation vraie. Une des raisons possibles de cette divergence est l'absence de plasticité martensitique dans le modèle. La cinétique de transformation est légèrement en dessous de la cinétique expérimentale. Les courbes d'évolution de la fraction volumique de bandes de glissement et des sites de germination reproduisent la tendance de celle de la martensite  $\varepsilon$ .



# Figure 6.9- Comparaison des courbes de tractions et des cinétiques de transformation de phase simulées et expérimentales de l'acier AISI 304 à la température de -60°C, en considérant que la transformation de phase peut être favorisée par 24 systèmes de glissement {111}<1-2> (A et B).

En conclusion, nous montrons que le modèle prédit qualitativement les textures martensitiques globales ainsi que la courbe de traction et la cinétique de transformation de phase de l'acier AISI 304 à la température de  $-60^{\circ}$ C. Cependant lorsque les systèmes de glissement A sont considérés seuls comme favorisant la transformation de phase martensitique  $\alpha'$ , la simulation ne reproduit pas correctement les taux de transformation de phase des composantes de texture austénitique. En revanche, si l'on considère que le glissement sur des systèmes de glissement B créent, comme les systèmes opposés, une structure austénitique favorable à la germination de la martensite  $\alpha'$ , les taux de transformation simulés dans chaque composante sont très proches des valeurs expérimentales et la texture austénitique globale est qualitativement reproduite. Même si les résultats macroscopiques (courbe de traction, cinétique de transformation et texture globale) et mésoscopiques (textures locales par composante) de la simulation montrent de bonnes concordances avec les résultats expérimentaux, cette dernière simulation est basée sur un concept qui reste à être confirmé expérimentalement par des observations plus locales.

# 6.2.2. Simulation du comportement mécanique et des évolutions de texture de l'acier AISI 304 à la température ambiante

#### 6.2.2.1. Identification des paramètres du modèle

#### Paramètres liés à la plasticité cristalline

La limite élastique du matériau évolue en fonction de la température. A température ambiante, la limite élastique de l'acier AISI 304 a été déterminée à 200 MPa. La cission critique, dans le cas d'une traction uniaxiale est environ la moitié de la limite élastique soit :

$$\tau_{c0}=100MPa$$

Les valeurs des paramètres b,  $\mu$ ,  $\alpha$ , et D<sub>moy</sub> sont les mêmes que les valeurs utilisées pour la température de -60°C.

Le paramètre  $g_0$ , reflétant l'intensité du stockage des dislocations et la distance d'annihilation critique des dislocations sont utilisés comme des paramètres d'ajustement de la courbe de traction et sont fixés à :

g<sub>0</sub>=55

 $Y_c=8.2 \text{ nm}$ 

par une méthode d'erreurs et d'essais.

L'augmentation de ces valeurs est conforme aux attentes. En effet, avec l'augmentation de la température la distance d'annihilation des dislocations est de plus en plus grande. Les dislocations étant plus mobiles, l'intensité du stockage est également plus importante.

#### Paramètres liés à la transformation de phase

A la température ambiante, les bandes de glissement sont composées essentiellement de micro-macles. On suppose alors que l'amplitude de glissement moyenne d'une bande de déformation est celle produite par la formation des micromacles c'est à dire que :

$$g_{sb} = 0.70$$

A cette température, la martensite  $\alpha'$  ne germe pas nécessairement à l'intérieur des bandes déformation, mais au voisinage de celles-ci (voir chapitre 3 §3.2.2.2). Les paramètres C et r de la loi gouvernant la fraction volumique de sites de germination sont alors différents de ceux établis pour la température de -60°C. Nous ajustons ces paramètres à C=0.5 et r=1.15 par méthode d'essais et d'erreurs, pour que la cinétique de transformation simulée soit proche de la cinétique expérimentale. Néanmoins le paramètre  $\beta$  décrivant l'intensité de l'influence de la plasticité sur la transformation de phase reste le même :

$$\beta = 3000 \text{J/m}^3$$
.

La température Ms est toujours fixée à 73K. La température de l'essai est 293K. B reste équivalent à 2 J/m<sup>3</sup>K°.

$$F_{c0}=B(T-Ms)=440J/m^{3}$$

Les paramètres  $k_i$  qui influent sur l'écrouissage des variantes sont ajustés à  $k_1=10$  J/m<sup>3</sup> et  $k_2=8$  J/m<sup>3</sup>.

#### 6.2.2.2. Résultats de la simulation et discussion

#### Courbes de traction et cinétiques de transformation

Cette simulation a été menée en considérant que seuls les 12 systèmes de glissement A favorisent la transformation de phase. La courbe de traction et les cinétiques de transformation de phase sont présentées sur la figure 6.10. Nous observons que la courbe de traction simulée suit qualitativement la courbe expérimentale. Néanmoins, elle s'écarte de celle-ci après 40% de déformation. Deux des explications possibles sont le fait que le modèle ne tienne pas compte de la plasticité de la phase martensitique et/ou que les contraintes locales soient mal estimées dans les grains. Le modèle prédit une fraction volumique maximale de bandes de glissement de 70% à 30% de déformation, ce qui n'est pas observée expérimentalement. A la température ambiante, nous avons observé essentiellement la formation de micro-macles. La fraction volumique de celles-ci n'a pas été quantifiée expérimentalement, mais l'analyse des cartographies présentées dans le chapitre 3 ne montre pas une fraction volumique de 70% de macles à 30% de déformation. Nous rappelons que le modèle prédit la fraction volumique maximale théorique de bandes de glissement formées dans un grain. Ce calcul est effectué à partir du glissement plastique du grain. A la température ambiante, les dislocations sont beaucoup plus mobiles qu'à la température de -60°C, les systèmes de glissement {111}<-101> peuvent être restitués à partir des 2 partielles A. En revanche, la plasticité sur les systèmes de glissement B peut tout de même créer localement un site de germination favorable à la transformation martensitique. Si on analyse la courbe d'évolution de la fraction volumique de sites de germination, elle semble plus en accord avec la fraction volumique de micro-macles observée expérimentalement. Finalement, la cinétique de transformation de phase simulée sous-estime quelque peu la cinétique expérimentale mais présente les mêmes tendances.



## Figure 6.10- Comparaison des courbes de tractions et des cinétiques de transformation de phase simulées et expérimentales de l'acier AISI 304 à la température ambiante.

#### Texture Austénitique

La texture austénitique simulée à 80% de déformation nominale ( $\approx 60\%$  vraie) est comparée à celle expérimentale sur la figure 6.11. Sur la section de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45°, on constate un renforcement de l'acuité de texture simulée pour chaque composante austénitique. Ce renforcement a été observé pour les textures expérimentales et montre que le modèle prédit bien l'évolution de la texture austénitique. Néanmoins, les densités de texture de chaque composante ne sont pas toujours reproduites avec une grande précision, notamment pour les composantes Cube et Goss qui sont surestimées. Les taux de transformation simulés pour ces composantes sont de 5% et correspondent aux taux observés expérimentalement. Cette surestimation des densités de texture ne semble pas donc être liée à la modélisation de la transformation de phase.



Figure 6.11 - Comparaison des figures de pôles et sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives à la texture austénitique simulée et expérimentale de l'acier AISI 304 à la température ambiante, en considérant que la transformation de phase peut être favorisée que par les 12 systèmes de glissement A.

- a) Texture expérimentale à 80% de déformation nominale.
- b) Texture simulée à 80% de déformation nominale.

#### *Texture Martensitique*

La texture martensitique simulée à 80% de déformation est comparée à la texture expérimentale sur la figure 6.12. On observe qu'elles sont très proches. La section de la F.D.O. à  $\phi_2$ =45° montre que la simulation reproduit chaque orientation martensitique expérimentale héritée de l'austénite et leur densité de texture.



Figure 6.12- Comparaison des figures de pôles et sections de la F.D.O. à  $\varphi_2$ =45° relatives à la texture austénitique simulée et expérimentale de l'acier AISI 304 à la température ambiante, en considérant que la transformation de phase peut être favorisée que par 12 systèmes de glissement A.

- a) Texture expérimentale à 80% de déformation nominale.
- b) Texture simulée à 80% de déformation nominale.

#### **CONCLUSION**

Un modèle micromécanique a été élaboré en grandes déformations afin de simuler le comportement mécanique, la cinétique de transformation et les évolutions de textures austénitiques et martensitiques de l'acier AISI 304. Ce modèle intègre la complexité des processus de déformation de l'acier en mettant en compétition la plasticité cristalline et la transformation de phase martensitique, et en tenant compte de la forte interaction qui existe entre cette dernière et les bandes de glissement (martensite ɛ, fautes d'empilement et micromacles mécaniques). Les capacités de prédictions du modèle ont été testées en comparant les résultats simulés et ceux obtenus expérimentalement à la température de -60°C et 20°C. Le modèle reproduit qualitativement les courbes de traction et la cinétique de transformation pour les deux températures. A la température ambiante, les évolutions de textures austénitique et martensitique sont correctement reproduites. A -60°C, les évolutions de texture austénitique simulées ne reproduisent pas exactement les évolutions de textures expérimentales. En effet, dans la simulation, les grains de composantes Cube et Goss ne présentent qu'un faible taux de transformation à rupture, alors que ces grains présentent expérimentalement des bandes de glissement qui peuvent former des sites de germinations favorables à la phase  $\alpha'$ . Cependant, le modèle ne prévoit pas la formation de ces bandes, car l'activité plastique est exclusivement prévue sur les systèmes de glissement B (ne conduisant pas à la formation de bandes de glissement). Une des raisons possibles, expliquant cette divergence avec les résultats expérimentaux, est que la contrainte locale dans ces grains est mal estimée par le modèle, du fait qu'on ne tienne pas compte de l'interaction entre grains voisins. Une approche auto-cohérente pourrait améliorer les prévisions.

D'autre part, les simulations montrent qu'en faisant jouer aux systèmes B un rôle dans l'initiation de la martensite  $\alpha$ ', les textures austénitiques simulées sont alors plus proches des textures expérimentales. Il reste à approfondir expérimentalement leur rôle sur la formation de la martensite  $\alpha$ '.

Les premiers objectifs de ce travail étaient d'améliorer les prédictions par rapport au modèle CRYSTRIP, présenté dans le chapitre 5, tout en diminuant significativement les temps de calculs. Les résultats exposés dans ce chapitre montrent des simulations du comportement de l'acier AISI 304 de bonnes qualités en ayant diminué de 50% le temps de calcul, ceci est très encourageant pour la suite de l'étude.

#### **REFERENCES BIBLIOGRAPHIQUES**

[Hoc99]	Hoc T, Etudes expérimentales et numériques de la localisation lors de changements de trajets dans un acier doux. <i>Mémoire de Thèse LMSSM</i> , Ecoles Centrales Paris (1999).
[Ols75]	Olson G.B., Cohen M., Kinetics of strain-induced martensitic, <i>Metallurgica Transaction</i> , <b>6A</b> , 791-795, <b>(1975)</b> .
[Lip86]	Lipinski P., Modélisation du comportement des métaux en transformations elasto-plastiques finies, à partir des méthodes de transition d'échelle <i>LPMM Metz</i> (1986).
[Lor04]	Lorrain J.P., Critère de ductilité basé sur la perte d'ellipticité du module tangent élastoplastique déduit d'un modèle autocohérent. – ENSAM Metz (2004).

Chapitre 6 – Formulation et prédictions d'un modèle micromécanique en grandes déformations adapté à la transformation de phase dans les aciers austénitiques instables

#### **CONCLUSION GENERALE**

Cette thèse a été réalisée dans le cadre d'un programme de recherche intitulé 'Mise en forme des aciers TRIP' conduit par une Equipe de Recherche Technologique, en partenariat avec le groupe industriel ARCELOR. L'ensemble du projet a pour ambition de comprendre et de modéliser le comportement des aciers TRIP lors de leur mise en forme.

L'étude proposée dans ce manuscrit, concerne plus particulièrement la caractérisation et la modélisation de l'effet TRIP d'un acier 100% austénitique, choisi comme matériau 'modèle'. Le premier volet de l'étude porte sur l'analyse des évolutions de microstructure et de texture de l'acier austénitique AISI 304 sollicité en traction et l'identification des modes de déformation actifs. Le deuxième volet porte sur l'élaboration d'un modèle micromécanique intégrant la plasticité de transformation pour simuler la loi de comportement, la cinétique de transformation martensitique et l'évolution des textures de l'acier considéré.

Différents essais de traction uniaxiale ont été réalisés aux températures de -60°C et de 20°C. Dans ce domaine de température, le comportement mécanique de l'acier 304 est bien connu. Il est régi par la formation de martensite  $\alpha$ ', induite par la déformation de l'austénite. L'allure des courbes à ces deux températures est pourtant significativement différente. Cela traduit des différences notables au niveau des mécanismes de déformation actifs et de leurs interactions. De nombreux travaux s'appuyant notamment sur la microscopie à transmission, ont permis de rendre compte de la complexité des mécanismes de déformation actifs pour cette catégorie d'acier à faible énergie de fautes d'empilement (glissement de dislocations, transformation de phases  $\gamma/\epsilon/\alpha$ , maclage). Cependant peu de données existaient dans la littérature concernant la quantification des différents mécanismes actifs et leurs interactions, et ce sur un volume de grains austénitiques représentatifs du volume global. Par conséquent, nos efforts ont porté sur l'acquisition de données nouvelles et fiables à une échelle mésocopique. Ces données doivent à la fois permettre d'analyser les mécanismes de transformation martensitique et de discuter l'interaction des différents mécanismes de déformation actifs en fonction de l'orientation des grains austénitiques. Les résultats obtenus ont été essentiels pour le développement d'un modèle micromécanique s'appuyant sur des bases physiques et pour la validation des résultats des simulations proposées.

Le travail réalisé au cours de cette étude conduit ainsi dans une première partie à une caractérisation et une analyse des mécanismes de déformation et dans une deuxième partie à la mise à l'épreuve d'un modèle micromécanique existant puis à l'élaboration d'un nouveau modèle décrivant mieux les faits expérimentaux.

# Partie 1 : Caractérisation et analyse des faits expérimentaux liés à la transformation de phase induite par traction.

Nous avons tout d'abord mis en place une méthodologie permettant de quantifier de façon fiable par diffraction de rayons X, la proportion de phases en présence pour différents états de déformation. Il s'agit de l'acquisition de diffractogrammes intégrés à l'aide d'un détecteur bidimensionnel dans un goniomètre équipé d'une anticathode de Chrome, particulièrement adaptée dans le cas des aciers 304 fortement alliés en Ni-Cr pour réduire les effets de fluorescence. Cette méthode expérimentale nous a permis de quantifier pour différents états de déformation, la proportion de martensite  $\alpha$ ' mais surtout de martensite  $\varepsilon$  dans le matériau, aux deux températures de sollicitation. Il est d'ailleurs particulièrement intéressant de noter

qu'après 10% de déformation à T=-60°C (c'est à dire dans le domaine de déformation facile de l'acier), la martensite  $\varepsilon$  est présente dans des proportions équivalentes à la martensite  $\alpha$ '. La proportion de martensite  $\varepsilon$  décroît ensuite pour laisser place à la martensite  $\alpha$ '. Aussi, au moins une partie de la martensite  $\alpha$ ' se formant lors de la déformation de l'acier, provient d'un mécanisme de transformation impliquant la martensite  $\varepsilon$ .

Les textures cristallographiques de l'austénite et de la martensite  $\alpha$ ' ont été caractérisées par diffraction de rayons X. La texture austénitique se renforce avec l'augmentation de la déformation plastique, phénomène particulièrement marqué lors de la déformation à température ambiante. La déformation plastique par glissement cristallographique de dislocations semble donc être plus importante lorsque la température augmente (et par conséquent lorsque l'énergie de fautes d'empilement de l'acier augmente). La martensite  $\alpha$ ' est faiblement texturée pour des états peu déformés (en particulier à T=-60°C), c'est à dire dans la phase de germination. Par contre, elle se renforce significativement, lorsque la proportion de martensite  $\alpha$ ' devient majoritaire dans l'acier.

Enfin nous avons utilisé la technique EBSD associée à un Microscope Electronique à Balayage muni d'un canon à effet de champ, pour acquérir des cartographies d'orientations 'haute résolution' sur les états déformés. Cette technique s'est avérée particulièrement intéressante pour caractériser les évolutions de microstructure et de texture locale de l'acier, à l'échelle d'un ensemble de grains austénitiques et pour analyser finement les mécanismes de déformation actifs.

A la température de  $-60^{\circ}$ C, la déformation se localise dans les grains austénitiques par formation de bandes de glissement le long des plans  $\{111\}_{\gamma}$  ayant les facteurs de Schmidt les plus élevés. Ces bandes de glissement sont ensuite des sites privilégiés pour la germination de la martensite  $\epsilon/\alpha'$ . La relation d'orientation entre la phase austénitique et la phase martensitique  $\alpha'$  est très proche de celle de Kurdjumov-Sachs (KS) tandis que celle mesurée entre la phase austénitique et la phase martensitique  $\epsilon$  correspond à celle de Shoji et Nishiyama (SN). L'analyse locale des variantes cristallographiques sélectionnées dans différents grains austénitiques, montre clairement que la formation d'une bande de glissement le long d'un plan  $\{111\}_{\gamma}$  particulier, détermine la variante  $\epsilon$  s'y développant (parmi les 4 possibles dans le grain) et pré-sélectionne 6 variantes de martensite  $\alpha'$  (parmi les 24 possibles dans le grain). Une légère différence de cinétique de transformation a pu être mise en évidence en fonction de l'orientation des grains austénitiques.

Cette différence de cinétique de transformation s'accentue à température ambiante. Les grains favorablement orientés pour le glissement cristallographique, se déforment par glissement homogène des dislocations, sans former de martensites  $\varepsilon/\alpha'$ . Les grains favorablement orientés pour glisser sur les systèmes  $\{111\}<1-2>$  dans le sens favorable à la formation de martensite  $\varepsilon$  et de macles, se déforment de façon hétérogène. La déformation s'y localise sous forme de bandes de glissement dans lesquelles on observe très clairement la présence de micromacles et plus rarement de martensite  $\varepsilon$ . La proportion de martensite  $\alpha'$  dans ces grains peut atteindre 50%, alors que sur l'ensemble du matériau cette proportion reste faible à cette température de déformation.

#### Partir 2 : Développement d'un modèle micromécanique.

Une analyse statistique des variantes  $\varepsilon/\alpha'$  formées, dans des grains austénitiques appartenant à différentes composantes de texture, nous a permis de caractériser la sélection de variantes opérant lors de la transformation martensitique induite par la déformation de l'austénite. Cette

sélection de variantes a ensuite été simulée à l'aide d'un modèle simple de transformation de phase, favorisant le développement de variantes associées à une déformation de transformation, énergétiquement favorable. Dans cet objectif, différents mécanismes de transformation ont été considérés, conduisant chacun à des déformations de transformation différentes. La comparaison entre les résultats simulés et expérimentaux, nous a permis de définir l'approche la plus apte à décrire la plasticité de transformation à incorporer dans une modélisation micromécanique.

Parmi les différentes approches considérées, nous avons retenu la théorie phénoménologique de Wechsler, Lieberman et Read (WLR) car elle est majoritairement utilisée dans les modèles micromécaniques. Elle néglige cependant complètement la présence de martensite  $\varepsilon$  et notre étude montre clairement qu'elle n'est pas adaptée pour l'acier AISI 304. De ce fait, nous avons élaboré une nouvelle approche en considérant la martensite  $\varepsilon$  comme une phase de transition entre l'austénite et la martensite  $\alpha$ ' et en déterminant les déformations de transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon$  et  $\varepsilon \rightarrow \alpha'$ . Cette approche permet de simuler de manière qualitative la sélection de variantes observées expérimentalement. La nécessité de considérer une double transformation martensitique complique cependant l'intégration de cette approche dans un modèle micromécanique. Par conséquent, nous détaillons également l'approche proposée par Kelly qui a adapté la théorie phénoménologique de Bowles et Mackenzie au cas des aciers à faible énergie de fautes d'empilement pour décrire la transformation  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . Nous avons montré que l'approche proposée par Kelly est très proche de la théorie formulée dans cette thèse si l'on considère une transformation de phase à deux étapes. La première étape est la détermination des plans  $\{111\}_{\gamma}$  par la plasticité cristalline qui sont les plans sur lesquels se développent les bandes de glissement, les micro-macles ou la martensite ɛ, puis la seconde étape est la sélection des variantes de martensite parmi les 6 associées au plan  $\{111\}_{\gamma}$  activé (suivant le mécanisme de transformation  $\gamma \rightarrow \alpha$ ' proposé par Kelly).

Les déformations de transformation déduites des théories de WLR et de Bowles et Mackenzie adaptée par Kelly ont ensuite été utilisées dans un modèle micromécanique existant 'CRYSTRIP'. Il s'agit d'un modèle à transition d'échelle, formulé en petites déformations, qui met en compétition la plasticité cristalline classique et la plasticité de transformation martensitique. Nous avons montré qu'en utilisant la déformation de transformation de WLR, le modèle ne reproduit pas l'évolution des textures austénitiques et que la plasticité classique et la plasticité de transformation ne sont pas correctement équilibrées dans les simulations. L'utilisation de la déformation de transformation proposée par Kelly, en considérant un schéma en deux étapes comme décrit plus haut, permet de simuler correctement la compétition entre les deux mécanismes de transformation. Sous ces conditions, il est alors possible de décrire la loi de comportement de l'acier ainsi que la cinétique de transformation de phase et les évolutions de texture austénitiques, qui ne permet pas de reproduire les textures martensitiques expérimentales.

Les différentes limitations du modèle existant nous ont alors conduit, en collaboration, à l'élaboration d'un nouveau modèle micromécanique. Il a été formulé en grandes déformations afin d'être capable de reproduire la grande ductilité des aciers austénitiques. Il prend mieux en compte la complexité des mécanismes actifs dans ces aciers en adoptant une plasticité cristalline sur des systèmes de glissement  $\{111\}<11-2>$  afin de modéliser le glissement plastique, la formation des bandes de glissement, de la martensite  $\epsilon$  ou du maclage mécanique. Les 24 variantes de martensite utilisées sont celles déduites de la déformation de transformation proposée par Kelly. L'interaction forte qui existe entre les mécanismes plastiques et la transformation de phase est également prise en compte à travers une force

thermodynamique critique associée à la transformation de phase. Elle est définie de telle sorte que l'activité plastique, ayant lieu sur les systèmes de glissement menant à la formation des bandes de glissement (soient 12 systèmes de glissement sur 24) favorise la germination des variantes de martensite  $\alpha$ ' dont la normale au plan d'habitat est perpendiculaire aux plans {111}<sub> $\gamma$ </sub> des systèmes de glissement activés par la plasticité. A température ambiante, le modèle décrit correctement les évolutions de texture des phases  $\gamma/\alpha$ ', la courbe de traction et la cinétique de transformation. A la température de -60°C, nous avons montré que ce modèle ne reproduit pas correctement les textures austénitiques et qu'il fallait permettre à tous les systèmes de glissement de favoriser la transformation de phase pour reproduire correctement, à la fois, les textures austénitique, la courbe de traction et la cinétique de transformation.

#### Perspectives.

Des études plus locales, par exemple par microscopie électronique à transmission, seraient très intéressantes pour définir l'interaction qui existe entre l'activité des dislocations dans le matériau et la formation des bandes de glissement, de la martensite  $\varepsilon$  ou des micromacles. Il serait également intéressant d'étudier la réelle influence de l'énergie de fautes d'empilement sur la hiérarchie d'activation des mécanismes de déformation.

Certaines questions restent toujours ouvertes, telle que l'influence de la martensite  $\varepsilon$  sur la transformation de phase  $\gamma \rightarrow \alpha'$ . Nous avons observé qu'une transformation  $\varepsilon \rightarrow \alpha'$  existe dans le matériau puisque la fraction volumique de martensite  $\varepsilon$  diminue avec la déformation. Est-il possible que toute la transformation de phase se passe ainsi, en suivant un schéma de transformation  $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ ? Encore une fois une étude très locale de la transformation de phase permettrait d'apporter des informations sur cette question.

Les efforts réalisés dans cette thèse pour décrire mathématiquement les mécanismes de déformations actifs dans ces aciers ont permis de tester leur validité dans un modèle micromécanique en comparant les simulations effectuées avec les résultats expérimentaux. De nombreux travaux sont encore à réaliser sur le modèle formulé dans cette thèse. En particulier, une méthode auto-cohérente doit être adaptée afin de mieux prendre en considération l'interaction entre les grains afin d'augmenter la capacité de prédiction des états de contrainte locale. La théorie sur la double transformation de phase, également formulée dans cette thèse, pourrait être adaptée à ce modèle micromécanique et les simulations pourraient être comparées aux simulations effectuées avec la déformation de transformation proposée par Kelly. Ce modèle n'a pour l'instant que la prétention de reproduire qualitativement le comportement des aciers austénitiques 304 en traction. Il sera nécessaire de confronter ces résultats à d'autres aciers austénitiques de composition chimique différente, ainsi que de le valider pour d'autres états de chargements simples comme des essais de cisaillement. En effet, le modèle est encore loin de pouvoir reproduire la complexité des états de chargements ( double cisaillement, traction équibiaxée, compression...) mis en œuvre lors de l'emboutissage de pièces par exemple.

Finalement, la méthodologie de caractérisation et de modélisation proposée dans cette thèse pourrait être maintenant appliquée à des aciers plus complexes comme les aciers industriels (ex :TRIP 800, TRIP 1000) où l'austénite résiduelle est en faible proportion et où les mécanismes de déformation et de transformation sont très différents.

**ANNEXES DU CHAPITRE 3** 

#### **ANNEXE 3.1**

Analyse de la microtexture de la phase austénitique lors de la déformation à -60°C



Figure A3.1 - Cartographie E.B.S.D. de l'échantillon déformé à 10% à T=-60°C a) cartographie E.B.S.D. de l'indice de qualité du diagramme de Kikuchi. b) cartographie d'orientation de la phase austénitique.



Figure A3.2 - Cartographies d'orientations de l'austénite résiduelle après 20% de déformation à T=-60°C (chaque cartographie d'orientations est superposée à la cartographie de l'indice de qualité du diagramme de Kikuchi).

#### ANNEXE 3.2

#### Partie A : Analyse de la phase martensitique ε/α' dans quelques grains austénitiques après 10% de déformation à -60°C



Figure A3.3 – Cartographie d'orientation de la martensite ε et α' ayant germée dans un grain austénitique peu transformé appartenant à l'échantillon déformé à 10% à la température de -60°C.



Figure A3.4 – Cartographie d'orientation de la martensite ε et α' ayant germée dans un grain austénitique fortement transformé appartenant à l'échantillon déformé à 10% à la température de –60°C.



Figure A3.5 – Cartographie d'orientations de la martensite ε et α' ayant germée dans un grain austénitique fortement transformé appartenant à l'échantillon déformé à 10% à la température de –60°C.



Partie B : Analyse de la phase martensitique  $\epsilon/\alpha$ ' dans un grain austénitique après 20% de déformation à -60°C

Figure A3.6 – Cartographie d'orientations de la martensite ε et α' ayant germée dans un grain austénitique fortement transformé appartenant à l'échantillon déformé à 20% à la température de –60°C.

- a) Cartographie EBSD de la qualité de l'indice de Kikuchi.
- b) Cartographie de l'orientation de la martensite  $\epsilon$  en vert, et de la martensite  $\alpha$ ' en bleu.

#### **ANNEXE 3.3** Analyse de la microtexture lors de la déformation à température ambiante 30% de déformation.

Cartographie EBSD N°1 - pas de 20nm Rq : on observe sur la cartographie une déformation d'image liée à la dérive du faisceau d'électrons lors de l'acquisition de la carte.

Figure A.7- Cartographie E.B.S.D. de l'échantillon déformé à 30% à température ambiante utilisant un pas de résolution de 20nm.

a) cartographie de l'indice de qualité des diagrammes – le carré blanc localise la zone analysée fig. 3.26 (avec une résolution plus élevée)

b) cartographie d'orientation de la phase austénitique (code de couleurs du triangle standard inverse //DL) Les désorientations de type  $60^{\circ} < 111$ > entre pixels  $\gamma/\gamma$  voisins sont révélées par des lignes blanches

c) localisation de la martensite  $\epsilon$  (en jaune)

d) cartographie d'orientations de la martensite  $\alpha$ ' (code de couleurs du triangle standard inverse //DL) Les désorientations de type 60°<111> entre pixels  $\alpha$ '/ $\alpha$ ' voisins sont révélées par des lignes blanches

#### Cartographie EBSD N° 2 - pas de 50nm.



Figure A3.8- Cartographie E.B.S.D. de l'échantillon déformé à 30% à température ambiante utilisant un pas de résolution de 50nm.

- a) cartographie de l'indice de qualité des diagrammes le carré blanc localise le grain analysé fig. 3.27
- b) cartographie d'orientation de la phase austénitique (code de couleurs du triangle standard inverse //DL). les désorientations de type  $60^{\circ} < 111$ > entre pixels  $\gamma/\gamma$  voisins sont révélées par des lignes blanches.
- c) localisation de la martensite  $\varepsilon$  (en jaune) le pas de déplacement de 50nm ne permet pas de révéler l'ensemble des domaines  $\varepsilon$  de taille nanométrique.
- d) cartographie d'orientations de la martensite  $\alpha$ ' (code de couleurs du triangle standard inverse //DL). Les désorientations de type 60°<111> entre pixels  $\alpha$ '/ $\alpha$ ' voisins sont révélées par des lignes blanches.

### **ANNEXES DU CHAPITRE 5**

Elément	Rotation	Angle d'Euler	Matrice de changement de base	Elément	Rotation	Angle d'Euler	Matrice de changement de base
E	<i>x y z</i>	(0,0,0)	$ \left(\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$	$C^{+}_{4x}$	$x \overline{z} y$	$\left(0,\frac{\pi}{2},0\right)$	$ \left(\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$
C <sub>2x</sub>	$x  \overline{y}  \overline{z}$	$(0, \pi, 0)$	$ \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} $	$C^{+}_{4y}$	$z y \overline{x}$	$\left(\frac{\pi}{2},\frac{\pi}{2},\frac{3\pi}{2}\right)$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
C <sub>2y</sub>	$\overline{x} \ y \ \overline{z}$	$(\pi,\pi,0)$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$	$C^{+}_{4z}$	$\overline{y} x z$	$\left(\frac{\pi}{2},0,0\right)$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$
C <sub>2z</sub>	$\overline{x} \ \overline{y} \ z$	( <i>π</i> ,0,0)	$ \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix} $	$C_{4x}$	$x z \overline{y}$	$\left(\pi,\frac{\pi}{2},\pi\right)$	$ \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix} $
C <sup>+</sup> <sub>31</sub>	<i>z x y</i>	$\left(\frac{\pi}{2},\frac{\pi}{2},0\right)$	$ \left(\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$	$C_{4y}$	$\overline{z} y x$	$\left(\frac{3\pi}{2},\frac{\pi}{2},\frac{\pi}{2}\right)$	$ \left(\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$
$C^{+}_{32}$	$\overline{z} x \overline{y}$	$\left(\frac{3\pi}{2},\frac{\pi}{2},\pi\right)$	$ \begin{pmatrix} 0 & 0 & -1 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix} $	$C_{4z}$	$y \overline{x} z$	$\left(\frac{3\pi}{2},0,0\right)$	$ \left(\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$
C <sup>+</sup> 33	$\overline{z} \ \overline{x} \ y$	$\left(\frac{3\pi}{2},\frac{\pi}{2},0\right)$	$ \left(\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$	C <sub>2a</sub>	$y x \overline{z}$	$\left(rac{\pi}{2},\pi,0 ight)$	$ \begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} $
C <sup>+</sup> <sub>34</sub>	$z \overline{x} \overline{y}$	$\left(\frac{\pi}{2},\frac{\pi}{2},\pi\right)$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \end{pmatrix}$	C <sub>2b</sub>	$\overline{y}  \overline{x}  \overline{z}$	$\left(\frac{3\pi}{2},\pi,0\right)$	$\begin{pmatrix} 0 & -1 & 0 \\ -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
C <sup>-</sup> 31	<i>y z x</i>	$\left(\pi,\frac{\pi}{2},\frac{\pi}{2}\right)$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	C <sub>2c</sub>	$z \overline{y} x$	$\left(\frac{\pi}{2},\frac{\pi}{2},\frac{\pi}{2}\right)$	$\begin{pmatrix} 0 & 0 & 1 \\ 0 & -1 & 0 \\ 1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$
C <sup>-</sup> 32	$y \overline{z} \overline{x}$	$\left(0,\frac{\pi}{2},\frac{3\pi}{2}\right)$	$\begin{pmatrix} 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \\ -1 & 0 & 0 \end{pmatrix}$	C <sub>2d</sub>	$\overline{x} z y$	$\left(\pi,\frac{\pi}{2},0\right)$	$ \begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \\ 0 & 1 & 0 \end{pmatrix} $
C <sup>-</sup> 33	$\overline{y} z \overline{x}$	$\left(\pi,\frac{\pi}{2},\frac{3\pi}{2}\right)$	$ \left[\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$	C <sub>2e</sub>	$\overline{z} \ \overline{y} \ \overline{x}$	$\left(\frac{3\pi}{2},\frac{\pi}{2},\frac{3\pi}{2}\right)$	$ \left(\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$
C <sup>-</sup> 34	$\overline{y} \overline{z} x$	$\left(0,\frac{\pi}{2},\frac{\pi}{2}\right)$	$ \left(\begin{array}{rrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrrr$	C <sub>2f</sub>	$\overline{x} \ \overline{z} \ \overline{y}$	$\left(\pi,\frac{\pi}{2},\pi\right)$	$ \begin{array}{cccc}                                  $

Tableau A5.1 : Eléments de symétrie rotationnelle de la structure cubique.

Elément	Angle d'Euler	Matrice de changement de base	Elément	Angle d'Euler	Matrice de changement de base
Е	(0,0,0)	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	<sup>h</sup> C <sup>'</sup> <sub>21</sub>	$(\pi,\pi,0)$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
${}^{h}C_{6z}^{+}$	$\left(\frac{\pi}{3},0,0\right)$	$\begin{pmatrix} \frac{1}{2} & -\frac{\sqrt{3}}{2} & 0\\ \frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	<sup>h</sup> C <sup>"</sup> <sub>22</sub>	$\left(\pi,\pi,\frac{\pi}{3}\right)$	$\begin{pmatrix} -\frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} & 0\\ \frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
${}^{h}C_{3z}^{+}$	$\left(\frac{2\pi}{3},0,0\right)$	$\begin{pmatrix} -\frac{1}{2} & -\frac{\sqrt{3}}{2} & 0\\ \frac{\sqrt{3}}{2} & -\frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	<sup>h</sup> C <sup>'</sup> <sub>23</sub>	$\left(\pi,\pi,\frac{2\pi}{3}\right)$	$\begin{pmatrix} \frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} & 0\\ \frac{\sqrt{3}}{2} & -\frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
<sup>h</sup> C <sub>2z</sub>	$(0,0,\pi)$	$\begin{pmatrix} -1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	<sup>h</sup> C <sup>"</sup> <sub>21</sub>	$(\pi,\pi,\pi)$	$\begin{pmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & -1 & 0 \\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
<sup>h</sup> C <sub>3z</sub>	$\left(\frac{4\pi}{3},0,0\right)$	$\begin{pmatrix} -\frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} & 0\\ -\frac{\sqrt{3}}{2} & -\frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	<sup>h</sup> C <sup>'</sup> <sub>22</sub>	$\left(\pi,\pi,\frac{4\pi}{3}\right)$	$\begin{pmatrix} \frac{1}{2} & -\frac{\sqrt{3}}{2} & 0\\ -\frac{\sqrt{3}}{2} & -\frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$
<sup>h</sup> C <sub>6z</sub>	$\left(-\frac{\pi}{3},0,0\right)$	$\begin{pmatrix} \frac{1}{2} & \frac{\sqrt{3}}{2} & 0\\ -\frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$	<sup>h</sup> C <sup>"</sup> <sub>23</sub>	$\left(\pi,\pi,\frac{5\pi}{3}\right)$	$ \begin{pmatrix} -\frac{1}{2} & -\frac{\sqrt{3}}{2} & 0\\ -\frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix} $

Tableau A5.2 : Eléments de symétrie rotationnelle de la structure hexagonale.

#### RESUMES

L'acier austénitique 304 montre des propriétés mécaniques remarquables en déformation qui sont obtenues par plasticité cristalline et par transformation de phase (effet TRIP). Ce travail présente une étude et des modélisations du comportement et des évolutions de textures/microstructures en traction de cet acier. Pour bien comprendre et modéliser ce comportement complexe mettant en compétition ces deux modes de déformation, une série d'essais de traction à -60°C et 20°C est réalisée sur cet acier. Les évolutions des textures et des phases en présence sont d'abord étudiées globalement par diffraction de rayons X, puis les évolutions de la microstructure et des textures locales sont suivies par E.B.S.D. afin de mettre en évidence les mécanismes de déformation et de transformation. Ces résultats expérimentaux ont montré dans les grains, suivant leur orientation par rapport à la direction de traction et la température, la présence de martensite  $\varepsilon$ , ou de micromacles qui créent des sites de germination favorables à la martensite  $\alpha$ '. Ces résultats nous ont également permis de choisir, parmi plusieurs théories de la transformation de phase exposées dans la littérature, celles qui expriment au mieux les faits expérimentaux. Testées ensuite dans un modèle micromécanique existant, formulé en petites déformations, les déformations de transformation déduites de ces théories ont permis de reproduire certains aspects du comportement de l'acier. Nous avons ensuite développé en collaboration un nouveau modèle formulé en grandes déformations dans lequel on considère que les sites de germination de la phase  $\alpha$ ' correspondent aux bandes de cisaillement activées dans l'austenite et/ou à la martensite ε formée. Cette nouvelle approche permet de reproduire de manière satisfaisante la courbe de traction, la cinétique de transformation et les évolutions de texture des phases de cet acier.

Austenitic steel 304 shows outstanding deformation properties which are due to a combination of crystalline plasticity and phase transformation (TRIP effect). This work presents a study of the mechanical behaviour and of the evolutions of textures/microstructures of this steel by tensile tests as well as their modelling. In order to understand and model this complex behaviour where competition between these two deformation modes is observed, a series of tensile tests at -60°C and 20°C was carried out on this steel. The global evolutions of the textures and of the involved phases were first studied by X-ray diffraction. Then the evolutions of the local microstructures and textures were investigated by E.B.S.D, which led us to a detailed analysis of the mechanisms of deformation and transformation. The experimental results showed that the presence of martensite  $\varepsilon$  or of micro-twins depends on the  $\gamma$  grain orientation with respect to the tensile direction and the temperature and that martensite  $\varepsilon$  and micro-twins form germination sites for the  $\alpha$ ' martensite. These results also allowed us to choose, among several theories of the phase transformation exposed in the literature, those which best express the experimental features. Tested in an existing micromechanical model, formulated in small deformations, the transformation deformations deduced from these theories made it possible to reproduce certain aspects of the mechanical behaviour of this steel. We then developed, in close co-operation, a new model formulated this time in great deformations, in which one considers that the germination sites of  $\alpha$ ' martensite correspond to the shear bands activated in austenite and/or to the formed  $\varepsilon$  martensite. This new approach allows us to satisfactorily reproduce the tensile curves, the transformation kinetics as well as the texture evolutions of the different phases of this steel.