UNIVERSITÉ DE LORRAINE | BIBLIOTHÈQUES UNIVERSITAIRES

AVERTISSEMENT
DROIT D'AUTEUR

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. Toute contrefaçon, plagiat ou reproduction illicite encourt une poursuite pénale.

Contact bibliothèque : ddoc-theses-contact@univ-lorraine.fr
(Cette adresse ne permet pas de contacter les auteurs)

Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 122. 4
Code de la Propriété Intellectuelle. articles L 335.2- L 335.10

UNIVERSITÉ DE LORRAINE
34 COURS LÉOPOLD — CS 25233
54052 NANCY CEDEX
TÉL : 03 54 50 54 00
CONTACT@UNIV-LORRAINE.FR
WWW.UNIV-LORRAINE.FR

THÈSE

Présentée pour l'obtention du titre de

Docteur de l'Université de Lorraine

Spécialité : Sciences des Matériaux
Mention : Mécanique des Matériaux

Caractérisation et analyse numérique de la mise en forme par laminage de fils profilés en aciers inoxydables austénitiques

En Collaboration CIFRE

Par
Aymeric WASSERMANN

Soutenue publiquement le 17 décembre 2025, à Metz, devant le jury composé de :

Monique Gaspérini	Professeure émérite, Université Sorbonne Paris Nord	Rapporteure
Christophe Desrayaud	Professeur des universités, Ecole des Mines de Saint-Etienne	Rapporteur
Anne-Marie Habraken	Directrice de recherche, Université de Liège, Belgique	Présidente du jury
Alexandre Mathieu	Maitre de conférences, Université de Bourgogne, Le Creusot	Examinateur
Olivier Jacquel	Directeur technique	Invité
Gautier List	Maitre de conférences, Université de Lorraine, Metz	Co-directeur de thèse
Éric Fleury	Professeur des universités, Université de Lorraine, Metz	Directeur de thèse

Tables des matières

TABLES DES MATIÈRES 3

TABLES DES FIGURES 9

FIGURES INTRODUCTION 9
FIGURES DU CHAPITRE I 9
FIGURES DU CHAPITRE II 10
FIGURES DU CHAPITRE 3 10
FIGURES DU CHAPITRE IV 13

TABLES DES TABLEAUX 15

TABLEAUX DU CHAPITRE I 15
TABLEAUX DU CHAPITRE II 15
TABLEAUX DU CHAPITRE III 15
TABLEAUX DU CHAPITRE IV 16

REMERCIEMENTS 17

RÉSUMÉ 19

ABSTRACT 20

SYMBOLES ET GRANDEURS 21

1. MODELE D'OLSON ET COHEN 21
2. PARAMÉTRAGE DE MODÉLISATION 21
3. MODÈLE DE JOHNSON–COOK 21
4. PARAMÈTRES EBSD ET MICROSTRUCTURE 22

INTRODUCTION 23

1. CONTEXTE ET ENJEUX INDUSTRIELS 23
2. CONTEXTE ET ENJEUX SCIENTIFIQUE 24
3. VERROUS SCIENTIFIQUES 24
4. OBJECTIFS DE LA THESE 25
5. ORGANISATION DU MANUSCRIT 25

CHAPITRE I : BIBLIOGRAPHIE SUR LES ACIERS INOXYDABLES 26

1.INTRODUCTION SUR LES ACIERS INOXYDABLES 27
1.1. GÉNÉRALITÉS SUR LES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES 28
1.2. MÉCANISMES DE DÉFORMATION DES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES 32
1.2.1. Déformation par glissement des dislocations 33
1.2.2. Déformation par maclage 34
1.3. EFFET DE LA TEMPÉRATURE ET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION SUR LA PHASE GAMMA 35
1.3.1. Effet de la température 35
1.3.2. Effet de la vitesse de déformation 35
2. TRANSFORMATION INDUITE PAR DEFORMATION DANS LES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES 36
2.1. TRANSFORMATION MARTENSITIQUE : EFFET TRIP (TRANSFORMATION INDUCED PLASTICITY) 36
2.1.1 Cristallographie et relations d'orientation dans les aciers inoxydables austénitiques 36
2.1.2. Thermodynamique des transformations martensitiques : martensite thermique vs martensite induite par déformation 38
2.1.2.1. Transformation martensitique par traitement thermique 38
2.1.2.2. Martensite induite par déformation 40
2.1.2.3. Rôle de la martensite epsilon (ε) dans la transformation de phase 42
2.1.3. Rôle de l'énergie de Gibbs 43
2.2. INFLUENCE DE LA VITESSE DE DÉFORMATION 43
2.3. INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE 44
2.4. INFLUENCE DE LA TAILLE DE GRAIN 44
2.5. INFLUENCE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE 45
2.6. INFLUENCE DE LA DÉFORMATION ET DE L'ÉTAT DE CONTRAINTE 46
3. TRAITEMENTS THERMOMECANIQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTENITIQUES 49
3.1. LE LAMINAGE À FROID 49
3.2. HYPERTREMPE 50
3.3. DURCISSEMENT PAR PRÉCIPITATION DE CARBURES ET DE COMPOSÉS INTERMÉTALLIQUES 52
3.4. EFFET DU LAMINAGE À FROID SUR LES PROPRIÉTÉS MÉCANIQUES DES ACIERS INOXYDABLES AUSTÉNITIQUES 53
3.5. EFFET DU CUIVRE DANS LES ACIERS INOXYDABLES 54
4. ASPECTS GENERAUX DE LA TRANSFORMATION MARTENSITIQUE DANS LES ACIERS 57
4.1. GÉNÉRALITÉ -MODÈLE DE OLSON ET COHEN 57
4.1.1. Mécanisme de transformation de la phase austénitique en martensite selon Olson et Cohen 57
4.1.2. Modèle de Olson et Cohen 58
4.2. LES AMÉLIORATIONS DU MODÈLE D'OLSON ET COHEN 60
5. CONCLUSION DU CHAPITRE I 65

CHAPITRE II : MATÉRIAUX ET MÉTHODES 67

1. MATERIAUX ET PREPARATION METALLOGRAPHIQUES 68
1.1. MATÉRIAUX 68
1.2. PRÉPARATION MÉTALLOGRAPHIQUE 69
2. ÉQUIPEMENT ET METHODES 70
2.1. LAMINAGE 70
2.2. ESSAIS MÉCANIQUES 71
2.2.1. Essais de traction 71
2.2.2. Essais de compression 72
2.3. CARACTÉRISATION MICROSTRUCTURALE 73
2.3.1. Préparation métallographique 73
2.3.2. MEB 74

2.3.2.1. Principe de fonctionnement 74
2.3.2.2. Interaction Electron-Matière 75
2.3.3. Analyse chimique EDS 76
2.3.4. Cartographie EBSD 77
2.3.4.1. CSL (réseau de site de coïncidence) 78
2.3.4.2. Désorientation moyenne locale (Kernel Average Misorientation, KAM) 80
2.4. DIFFRACTION DES RAYONS X 81
2.4.1. Analyse de phases 81
2.4.2. Mesures des contraintes résiduelles 82
2.4.3. Textures cristallographiques 83
2.5. FERRISCOPE 83
3. MODELISATION DE L'ECOULEMENT PLASTIQUE 84
3.1. ALGORITHME DE RETOUR RADIAL 84
3.2. LOIS DE COMPORTEMENT MÉCANIQUE 88
3.2.1. Equation constitutive de Johnson-Cook 88
3.2.2. Equation constitutive de Hansel-Spittel 89
3.3. MODÉLISATION DES MATÉRIAUX MULTIPHASÉS OU LOI DES MÉLANGES 89
3.3.1. Hypothèse des déformations plastique égales : IsoStrain 90
3.3.2. Hypothèse du travail plastique équivalent : IsoWork 90
3.4. COUPLAGE THERMIQUE 91
4. IMPLEMENTATION DES MODELES 92
4.1. IMPLÉMENTATION DANS LES PROGRAMMES PYTHON 92
4.2. IMPLÉMENTATION D'UNE VUMAT SUR ABAQUS 2024 94
4.2.1. Présentation d'une Vumat sur Abaqus 94
4.2.2. Implémentation d'une VUMAT sur Abaqus 94
4.3. IMPLÉMENTATION DE VARIABLES UTILISATEURS SUR COLDFORM 3D NXT 4.1 95
4.3.1. Concept général 95
4.3.2. Méthode et déroulement d'un calcul sur Coldform 96
4.3.3. Spécificité des lois disponibles dans le logiciel CofdForm 97
4.3.3.1. Modélisation de la Contrainte d'écoulement LOIV_SIG0 97
4.3.3.2. Evolution des paramètres rhéologiques LOIV_EVOL et de frottement LOIF_EVOL 97
4.3.3.3. Evolution des paramètres mécaniques après calcul en volume LOIV_MECA et en surface LOIF_MECA 98
4.3.3.4. Création de variables d'état utilisateur en volume LOIV_UTIL et en surface LOIF_UTIL 98
4.3.3.5. Création de variables d'état utilisateur en volume LOIV_INTG et en surface LOIF_INTG 98
4.3.3.6. Modélisation de la rhéologie LOIV_RHEO 99
4.3.3.7. Modélisation de l'usure des Outils 99
5. CONCLUSION DU CHAPITRE II 100

CHAPITRE III : RÉSULTATS EXPÉRIMENTAUX 101

1. CARACTERISATION DU COMPORTEMENT MECANIQUE DES TROIS NUANCES 102
1.1. INFLUENCE DE LA COMPOSITION CHIMIQUE EN TRACTION 102
1.2 INFLUENCE DE LA VITESSE DE DÉFORMATION ET DE LA TEMPÉRATURE EN TRACTION 103
1.2.1 Influence de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique de l'acier inoxydable austénitique 316L lors d'une sollicitation en traction uniaxiale 104
1.2.2. Influence du cuivre sur la vitesse de déformation et la température sur le comportement de l'acier inoxydable austénitique 302HQ lors d'une sollicitation en traction uniaxiale 106

1.2.3. Influence de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique de l'acier inoxydable austénitique 304L lors d'une sollicitation en traction uniaxiale 107
1.2.3.1. Essais à 20 °C 108
1.2.3.2 Essais à différentes températures entre 20°C et 200°C 109
1.3 INFLUENCE DU MODE DE SOLLICITATION 110
1.3.1 Traction vs Compression 110
1.3.2. Effet de la vitesse en compression 111
1.3.2.1. Etude du 316L en compression 111
1.3.2.2. Etude du 302HQ en compression 112
1.3.2.3. Etude du 304L en compression 113
2. ANALYSE DE LA MICROSTRUCTURE APRES ESSAIS DE TRACTION ET COMPRESSION 114
2.1. MICROSTRUCTURE DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE 316L LORS D'UNE SOLLICITATION EN TRACTION ET EN COMPRESSION UNIAXIALE 114
2.1.1. Mécanismes de déformation du 316L en traction 114
2.1.2. Mécanismes de déformation du 316L en compression 119
2.1.3. Effet de la vitesse de déformation du 316L en compression 119
2.2. EFFET DE L'AJOUT DU CUIVRE SUR LA MICROSTRUCTURE D'UN MATÉRIAU MONOPHASÉ (302HQ) EN TRACTION ET EN COMPRESSION 120
2.2.1. Mécanismes de déformation du 302HQ en traction 120
2.2.2. Effet de la vitesse de déformation du 302HQ en traction 122
2.2.3. Mécanismes de déformation du 302HQ en compression 123
2.2.4. Effet de la vitesse de déformation du 302HQ en compression 124
2.3. MICROSTRUCTURE DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE 304L EN TRACTION ET EN COMPRESSION 125
2.3.1. Mécanismes de déformation du 304L en traction à $\boldsymbol{T = 20\ °C}$ 125
2.4. EFFET DE LA TEMPÉRATURE ET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION SUR LA MICROSTRUCTURE DE L'ACIER INOXYDABLE AUSTÉNITIQUE 304L EN TRACTION ET EN COMPRESSION 130
2.4.1. Effet de la vitesse de déformation sur la microstructure du 304L 130
2.4.2. Effet de la température sur la microstructure du 304L 132
2.4.3 Effet du mode de sollicitation sur la microstructure du 304L 135
2.4.3.1. Essais de compression interrompu sur le 304L 135
2.4.3.2. Effet de la vitesse de déformation lors d'une sollicitation en compression sur le 304L 137
3. QUANTIFICATION DE LA MARTENSITE PAR DIFFRACTION DES RAYONS (DRX) 140
3.1. QUANTIFICATION DE LA MARTENSITE PAR DRX SUR UN ACIER INOXYDABLE MONOPHASÉ (316L) 140
3.2. EFFET DU CUIVRE SUR LA QUANTIFICATION DE LA MARTENSITE PAR DRX SUR UN ACIER INOXYDABLE MONOPHASÉ (302HQ) 141
3.3. QUANTIFICATION DE LA MARTENSITE PAR DRX SUR UN ACIER INOXYDABLE BIPHASÉ (304L) 142
3.3.1. Effet de la vitesse de déformation en traction et compression sur le 304L 142
3.3.2. Effet de la température en traction sur le 304L 143
4. ANALYSES DES RESULTATS SUR LE LAMINAGE 145
4.1. CARACTÉRISATION MÉCANIQUE ET MICROSTRUCTURAUX APRÈS LE LAMINAGE À FROID 145
4.1.1. Comportement mécanique en traction après laminage à froid 145
4.1.2. Analyse de la microstructure après le laminage à froid 148
4.1.2.1. Quantification de la transformation de phase sur les 3 nuances 148
4.1.2.2. Cartographies EBSD sur les 3 nuances 149
4.1.2.3. Evolution des contraintes résiduelles 152
4.1.2.4. Comportement mécanique après laminage à froid et traitement thermique de relaxation des contraintes 152
4.2. INFLUENCE DE LA TEMPÉRATURE DE LAMINAGE 155

4.3. Analyse fine de la formation de la martensite lors du laminage 20 °C du 304L 158
4.4. Influence de la vitesse de déformation lors du laminage 162
5. Discussion 163
5.1. Comportement mécanique, mécanismes de déformation et stabilité microstructurale 163
5.2. Influence de la vitesse de déformation et de la température sur la transformation martensitique 165
5.3. Implications pour les procédés de laminage 166
6. Conclusion du chapitre 167

CHAPITRE 4 : MODÉLISATION ET RÉSULTATS DE SIMULATION NUMÉRIQUE 169

1. Equations constitutives 170
1.1. Modélisation du comportement d'un matériaux monophasé (Implémentation des équations constitutives) 171
1.1.1 Détermination des paramètres de Johnson-Cook pour un matériaux monophasé 173
1.1.1.1. Loi de Ludwik pour le 304L, 316L et le 302HQ 173
1.1.1.2. Influence de la vitesse de déformation, détermination de la constante C 174
1.1.1.3. Influence de la température 175
2. Simulation d'un essai de traction 177
2.1. Essais de traction numérique sur un fil monophasé 177
2.1.1. Effet de la vitesse de déformation 177
2.1.2. Effet de la température 178
2.2. Amélioration des courbes pour les matériaux monophasés 178
2.3. Essai de traction numérique sur un matériau biphasé 180
2.3.1. Loi de Jonson-Cook pour le matériau biphasé 180
2.3.2. Paramétrage de la loi cinétique de transformation de phase 181
2.3.3. Lois des mélanges 182
2.4. Modélisation de l'effet de la température sur la cinétique de transformation de phase 185
2.5. Modélisation de l'effet de la triaxialité sur la transformation de phase 186
3. Simulation numerique des essais a chargement uniaxial 188
3.1. Modélisation de l'essai de traction 188
3.2. Comparaison des résultats ColdForm – Abaqus 189
3.3. Effet de la vitesse de déformation 189
3.4. Effet de la température 190
3.5. Essais de compression monotone 191
4. Simulation numerique du laminage avec le 304L 192
4.1 Modélisation 2D du laminage 192
4.2. Simulation 3D du laminage simple plat chant rond 194
4.3. Simulation 3D d'une forme complexe 197
4.3.1. Cas pratique – mise en forme du profil d'une agrafe hélicoïdale à béton, prédiction de la martensite formée 197
4.3.2. Mise en simulation formation de la fraction de martensite 198
4.4.3. Importance de la transformation de phase sur l'usure des outils 199
5. Conclusion du chapitre 200

CONCLUSION ET PERSPECTIVES 201

1. CONCLUSION 201
2. PERSPECTIVES 203

RÉFÉRENCES 205

ANNEXES 226

ANNEXE A : METHODE EXPERIMENTALE 226
ANNEXE A-1 : FICHES MATIÈRES DES NUANCES ÉTUDIÉS 226
ANNEXE A-2 : ETUDE D'HOMOGÉNÉITÉ DE LA MICROSTRUCTURE ET DES CARACTÉRISTIQUES MÉCANIQUES SUR LE 304L 228
ANNEXE A-3 : CONCEPTION D'UN DISPOSITIF POUR LA RÉALISATION DES ESSAIS DE COMPRESSION 231
ANNEXE A-4 : RÉSULTATS FERRISCOPE 232
ANNEXE B : RESULTATS EXPERIMENTAUX 233
ANNEXE B-1 : MÉCANISME DE DÉFORMATION DU 316L EN TRACTION 233
ANNEXE B-2 : EFFET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION DU 316L EN TRACTION 234
ANNEXE B-3 : MÉCANISME DE DÉFORMATION DU 316L EN COMPRESSION 235
ANNEXE B-4 : EFFET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION DU 316L EN COMPRESSION 236
ANNEXE B-5 : MÉCANISME DE DÉFORMATION DU 302HQ EN TRACTION 237
ANNEXE B-6 : EFFET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION DU 302HQ EN TRACTION 238
ANNEXE B-7 : MÉCANISME DE DÉFORMATION DU 302HQ EN COMPRESSION 239
ANNEXE B-8 : EFFET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION DU 302HQ EN COMPRESSION 240
ANNEXE B-9 : MÉCANISME DE DÉFORMATION DU 304L EN TRACTION À 100 °C 241
ANNEXE B-10 : MÉCANISME DE DÉFORMATION DU 304L EN TRACTION À 200 °C 242
ANNEXE B-11 : MÉCANISME DE DÉFORMATION DU 304L EN COMPRESSION À UNE VITESSE DE 10^{-2} s^{-1} 243
ANNEXE B-12 : EFFET DE LA VITESSE DE DÉFORMATION DU 304L EN COMPRESSION 244

Tables des Figures

Figures introduction

Figure 1: Problèmes rencontrés chez l'entreprise partenaire. 23

Figures du Chapitre I

Figure I-1: Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en nickel (Cunat, 2025). 28
Figure I-2: Les principaux aciers inoxydables austénitiques au chrome nickel dérivés de la nuance 304 (Cunat, 2025). 29
Figure I-3: Diagramme de Scheaffler - DeLong (Delong, 1974) modifié par Koteki – Siewert (Kotecki & Siewert, 1992), les compositions des alliages étudiés dans cette étude (304L, 316L et 302HQ) sont indiquées par des étoiles. 30
Figure I-4: Mécanisme de déformation du 304L suivant un essai de traction monotone avec des images MET (Shen et al., 2012). 32
Figure I-5: Plan de macle (Suzuki et al., 2015). 34
Figure I-6: Modification des paramètres de maille $a\gamma$ de l'austénite et de la martensite $a\alpha'$ et $c\alpha'$ en fonction de la quantité de carbone insérée (Novelli et al., 2017). 37
Figure I-7: Relation de Bain. 38
Figure I-8 Énergie de fautes d'empilement. 38
Figure I-9: Effet TRIP. 40
Figure I-10: Cartographie permettant de repérer les phases α' et ε sur un acier inoxydable austénitique a. nucléation de la phase α' aux intersections des bandes ε (Spencer, 2005) et b. nucléation de la phase α' dans les macles ε (Gey et al., 2005). 41
Figure I-11: Evolution de la phase martensitique epsilon dans deux matériaux et deux températures type 304 et 316 (Lebedev & Kosarchuk, 2000). 42
Figure I-12: Courbes contraintes vraies – déformation vraie du 201L à plusieurs températures et deux vitesses de déformation (Hamada et al., 2013). 44
Figure I-13: influence directe de la réduction de la taille de grain lors du laminage (Sohrabi et al., 2020). 45
Figure I-14: Influence de la composition chimique (Sohrabi et al., 2020). 46
Figure I-15: Effet de l'état de contrainte sur la fraction volumique de martensite dans le 301LN (Beese & Mohr, 2011). 47
Figure I-16: Comparaison d'essais de traction et de compression réalisés à différentes températures (Iwamoto et al., 1998). 48
Figure I-17: Principaux traitements thermiques et transformations qui se produisent dans un acier inoxydable austénitique (Padilha et al., 2003). 51
Figure I-18: Courbes ingénieurs contrainte déformation pour un 304 contenant a. 0%m de Cu et b. 3%m de Cu recuit à 700°C pour différents temps. Les inserts montrent les courbes contrainte vraie déformation vraie en log-log utilisées pour l'estimation du taux d'écrouissage (Sen et al., 2011). 53
Figure I-19: (a) Effet du laminage à température ambiante sur les propriétés en traction de l'acier AISI 304 ; (b) Effet de la température de traction sur les courbes contrainte-déformation et les taux d'écrouissage de l'acier inoxydable AISI 304 (Sohrabi et al., 2020). 54

Figure I- 20: Effet de l'azote sur la contrainte maximale en traction (Ganesan et al., 2009) 54
Figure I-21: Effet du cuivre sur la fraction de martensite α' (Gilapa et al., 2015)..... 55
Figure I-22: Effet du cuivre sur les propriétés mécaniques et microstructurales (Cho et al., 2022). 56
Figure I-23: Comparaison entre données expérimentales d'Angel sur le 304 représenté par les points et les courbes modélisées par Olson et Cohen dépendant de α et β (Angel, 1954). 57
Figure I-24: Le modèle géométrique d'Olson et Cohen (Olson & Cohen, 1972 pour la nucléation de martensite α' induite par déformation : situation avant (a) et après (b) l'intersection de bandes de glissement localisées (Bracke et al., 2007). 58
Figure I-25: Comparaison sur du 304 des essais de traction et compression montrant en (a) les courbes contrainte vraie déformation plastique vraie et (b) la formation de martensite en fonction de la température et du mode de sollicitation (Iwamoto et al., 1998). 60

Figures du Chapitre II

Figure II-1: Schéma et photographie du laminoir de laboratoire utilisé dans cette étude. 70
Figure II-2: Echantillon essais de traction. 71
Figure II-3: Schéma des échantillons utilisés lors des essais de compression. 72
Figure II-4: Schéma illustrant les étapes de préparation de l'échantillon avant polissage et la localisation de la zone étudiée. 73
Figure II-5: Schéma d'un microscope électronique à balayage. 75
Figure II-6: Interaction électron-matière. 76
Figure II-7: Schéma de fonction de l'imagerie d'orientation EBSD (Oxford Instruments, 2025). 78
Figure II-8: a. Représentation schématique de la rotation d'un réseau cristallin pour obtenir une maille de coïncidence (CSL). Les réseaux rouge et vert coïncident après rotation, et les points indiqués en rouge représentent les nœuds à amener en coïncidence et b. Schéma d'une CSL Σ3. 79
Figure II-9: Schéma de fonctionnement de la diffraction des rayons X. 81
Figure II-10: Principe de détermination des contraintes résiduelles par DRX et la méthode des cos(α). . 82
Figure II-11: Principe de fonctionnement du goniomètre. 83
Figure II-12: Méthode de retour radial : Ecrouissage isotrope (Ming & Pantalé, 2018a). 85
Figure II-13: Schéma retour radial (N.-H. Kim, 2015). 93
Figure II-14: Représentation sous forme de GRAFCET des différentes étapes du calcul d'un incrément dans ColdForm. 96

Figures du Chapitre III

Figure III-1: Comparatif des essais de traction sur les fils à l'état de réception de diamètre 5,5mm sur les nuances 304L, 316L et 302HQ à 5x10^-4 s-1 et 20 °C. 102
Figure III-2: Comparatif des taux d'écrouissage pour les trois nuances étudiées sur des essais de traction réalisés à $5x10^{-4}$ s^{-1} et 20 °C. 103
Figure III-3: a. Essai de traction sur le 316L réalisé à $T = 20\ °C$ et à différentes vitesses de déformation b. $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1$ et différentes températures. 104
Figure III-4: Evolution de a. la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation suivant plusieurs niveaux de déformation plastique, b. de la limite d'élasticité et du coefficient d'écrouissage par rapport à la vitesse de déformation c. du taux d'écrouissage par rapport à la déformation plastique vraie pour plusieurs températures d.de la limite d'élasticité et du coefficient d'écrouissage pour plusieurs températures sur le 316L. 105
Figure III-5: a. Essai de traction sur le 302HQ réalisé à 20 °C et différentes vitesses de déformation b. $5x10^{-4}$ s^{-1} et différentes températures. 106

Figure III-6: Évolution de a. la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique, b. de la contrainte élastique et du coefficient d'écrouissage par rapport à la vitesse de déformation c. du taux d'écrouissage par rapport à la déformation plastique vraie pour plusieurs températures d.de la contrainte élastique et du coefficient d'écrouissage pour plusieurs températures sur le 302HQ. 107
Figure III-7: a. Essai de traction sur le 304L réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique. 108
Figure III-8: a. Essai de traction sur le 304L réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique. 109
Figure III-9: Comparaison entre les essais de traction et de compression sur les fils bruts. 110
Figure III-10: a. Essai de compression sur le 316L réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique. 111
Figure III-11: a. Essai de compression sur le 302HQ réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique. 112
Figure III-12: a. Essai de compression sur le 304L réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique. 113
Figure III-13: Cartes EBSD d'évolution microstructurale du 316L en traction à une vitesse de $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$, (a.-d.) Contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-h.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) Contraste de phase, (m.-p.) KAM. 115
Figure III-14: Résumé des CSL sur 316L subissant un essai de traction monotone à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 116
Figure III-15: Effet de la vitesse de déformation sur le 316L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM. 118
Figure III-16: Cartes EBSD d'évolution microstructurale du 302HQ en traction à une vitesse de $5x10^{-4}\ s^{-1}$ et 20°C, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-h.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM. 121
Figure III-17: mécanisme de déformation présent dans le 304L, a. courbe de traction déformation plastique vraie – Contrainte vraie, IPF de la phase martensitique à b. 10% de déformations plastique vraie, c. 15% de déformations plastique vraie, d. 20% de déformations plastique vraie, et e. 40% de déformations plastique vraie, ... 125
Figure III-18: Cartes EBSD d'évolution microstructurale du 304L en traction à une vitesse de $5x10^{-4}\ s^{-1}$ et 2 0°C, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL Σ3 en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM. 127
Figure III-19: Évolution simultanée du KAM moyen et de la proportion de joints CSL Σ3 en fonction de la déformation plastique vraie lors de la traction du 304L à 20 °C. 130
Figure III-20: Effet de la vitesse de déformation sur le 304L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM. 131
Figure III-21: Effet de la température sur le 304L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-h.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM. 133
Figure III-22: Effet du mode de sollicitation sur le 304L en compression à $5x10^{-4}\ s^{-1}$, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-n.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM. 136

Figure III-23: Evolution de a. la martensite induite par déformation α' en fonction de la déformation plastique vraie et b. évolution de la proportion des CSL Σ3 avec la déformation plastique vraie. 139
Figure III-24: Effet de la vitesse de déformation sur le 316L en compression et traction. 140
Figure III-25: Effet de la vitesse de déformation sur le 302HQ en compression et traction. 141
Figure III-26: Effet de la vitesse de déformation en traction et en compression sur le 304L. 142
Figure III-27: Effet de la température en traction sur le 304L. 143
Figure III-28: a. Evolution de la fraction de martensite α' selon la vitesse de déformation et b. Evolution de la fraction de martensite α' selon la température en traction. 144
Figure III-29: Essais de traction vrais interrompus réalisés à 5x10-4 s-1 sur les nuances 304%, 316L et 302HQ laminées à 20°C et 1150 tr/min. 146
Figure III-30: Évolution des caractéristiques mécaniques du 304L, 316L et 302HQ lors du laminage à température ambiante. 147
Figure III-31: Quantification de la transformation de phase lors du laminage à 20 °C sur a. le 304L, b. le 316L et c. le 302HQ. 148
Figure III-32: Evolution de la microstructure au centre de l'échantillon lors du laminage à température ambiante. 149
Figure III-33: Cartographie EBSD avec contraste (a) de densité de dislocation géométriquement nécessaire, (b) de phase et (c) d'orientation selon DL sur un échantillon en 302HQ laminé à froid et 60%. 150
Figure III-34: Évolution de la taille de grain lors du laminage pour a. le 304L, b. le 316L et c. le 302HQ mesurée au centre de l'échantillon et la surface proche du bord. 150
Figure III-35: Cartographies EBSD en contraste de bande montrant la microstructure d'un échantillon en 316L brut (a) et laminé à 20% (b) avec les joints de macles surlignés, notamment les joints de macles de type Σ3 en bleu foncé. 151
Figure III-36:: Cartographie EBSD en contraste de phase montrant la formation de martensite α' au niveau de macles mécaniques Σ3. a. Désorientation mesurée le long de la ligne blanche. b. Graphe confirmant que les macles observées sont de type Σ3. 151
Figure III-37: Évolution de la contrainte résiduelle longitudinale de la phase austénitique lors du laminage à température ambiante. 152
Figure III-38: Proportion de martensite avant et après le traitement thermique. 153
Figure III-39: Analyse complémentaire des contraintes résiduelles. 153
Figure III-40: Caractéristiques mécaniques après le laminage à température ambiante et revenu à 450°C. 154
Figure III-41: Quantification de la transformation de phase lors du laminage à 100 °C sur a. le 304L, b. le 316L et c. le 302HQ. 155
Figure III-42: Cartographies EBSD avec contraste de phase (austénite γ en bleu et martensite α' en rouge) montrant l'évolution de la microstructure en cœur d'un fil laminé à 100°C en 304L, 316L et 302HQ en fonction du taux de réduction. 156
Figure III-43: Cartographie EBSD avec contraste a. de densité de dislocation géométriquement nécessaire, b. de phase et c. d'orientation selon DL sur un échantillon en 302HQ laminé à 100 °C et 60%. 157
Figure III-44: Fraction de martensite (en rouge) sur l'épaisseur mesurée par cartographies EBSD multi-maps : a. laminage à froid à 20 %, b. laminage à froid à 40 % et c. laminage à froid à 60 % du 304L. 159
Figure III-45: Évolution de la martensite en fonction de la profondeur normalisée pour les échantillons laminés à froid à 20%, 40% et 60% du 304%. 160
Figure III-46: Influence de la vitesse de laminage sur les trois nuances étudiées. 162
Figure III-47: Schéma du mécanisme de transformation martensitique induite par déformation sur un essai de traction réalisée à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1$ et $T = 20\ °C$ 164

Figures du Chapitre IV

Figure IV-1: Représentation graphique du paramètre C, coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, pour a. le 304L, b. 316L et c. 302HQ. 175
Figure IV-2: Représentation graphique du paramètre m, coefficient d'adoucissement thermique, pour a. le 304L, b. 316L et c. 302HQ. 176
Figure IV-3: Comparatif entre les courbes de traction expérimentales à différentes vitesses de déformation et de simulation pour a. le 316L et b. le 302HQ. 177
Figure IV-4: Comparatif entre les courbes de traction expérimentales à différentes températures et de simulation pour a. le 316L et b. le 302HQ. 178
Figure IV-5: Comparatif de différentes valeurs de k, la raideur de transition. 179
Figure IV-6: Simulation d'un essai de traction réalisé à une vitesse de 5x10-4 s-1 et une température de 20 °C sans couplage thermique, comparatif du modèle de Johnson-Cook simple vs Modèle de Johnson-Cook double pour a. le 316L et b. le 302HQ. 180
Figure IV-7: Simulation d'un essai de traction réalisé à une vitesse de 5x10-4 s-1 et une température de 20 °C sans couplage thermique, comparatif du modèle de Johnson-Cook simple vs Modèle de Johnson-Cook double pour le 304L. 181
Figure IV-8: Modélisation de la fraction de martensite pour une essais de traction monotone réalisé à une vitesse de déformation de 5x10-4 s-1 et à une température de 20 °C. 182
Figure IV-9: Simulation d'un essai de traction sur le 304L à une température de 20 °C et une vitesse de déformation 5x10-4 s-1 utilisant la loi des mélanges Iso strain, comparatif entre l'utilisation d'une simple Johnson-Cook et une double Johnson-Cook. 184
Figure IV-10: Modélisation de la loi d'Olson et Cohen dans le cas d'un essai de traction monotone. 185
Figure IV-11: Comparatif essais de traction vs essais de compression avec a. la modélisation de la fraction de martensite transformée et b. la modélisation courbes contraintes vraie - déformation plastique vraie des essais réalisés à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T = \ 20\ °C$. 186
Figure IV-12 : *Comparatif essais de traction vs essais de compression avec a. la modélisation de la fraction de martensite transformée et b. la modélisation courbes contraintes vraie - déformation plastique vraie des essais réalisés à* $\varepsilon = 10 - 2\ s - 1\ et\ T = \ 20\ °C$. 187
Figure IV-13: Modélisation 3D d'un a. essais de traction monotone avec b. l'évolution de la déformation plastique équivalente ainsi que la zone de mesure matérialisé avec une étoile. 188
Figure IV-14: Modélisation des essais de traction sur Abaqus a. image du fil avec les conditions limites et b. résultat de la contrainte de Von Mises pour le 304L à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1$ et $T = 20\ °C$. 188
Figure IV-15: Courbes de contrainte vraie- déformation plastique vraie et évolution de la fraction de martensite $f\alpha'$ lors d'essais de traction sur l'acier 304L à $T = 20\ °C$ pour deux vitesses de déformation : a. $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4s - 1$ et b. $\varepsilon = 10 - 2s - 1$. Les résultats expérimentaux (en rouge) sont comparés aux simulations numériques issues de **ColdForm (en bleu)** et d'**Abaqus (en vert).** Les flèches indiquent les axes de lecture associés aux courbes de contrainte et de fraction martensite. 189
Figure IV-16: Effet de la vitesse de déformation sur les courbes de contrainte vraie – déformation plastique vraie prédites. 190
Figure IV-17: Effet de la température sur a. la transformation de phase et b. la contrainte vraie. 190
Figure IV-18: Modélisation 3D d'un a. essais de compression avec b. la déformation plastique équivalente ainsi que la zone de mesure matérialisée avec une étoile. 191
Figure IV-19: Comparatif entre essais de traction et compression expérimentale vs simulation ColdForm réalisé à. $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4s - 1$ et $T = 20\ °C$ sur le 304L. 191
Figure IV-20: Modélisation 2D du laminage. 192

Figure IV-21: Evolution de la température lors d'une simulation 2D du laminage a. température donnée en °C, b. l'évolution de la température en °C de la surface vers le centre de l'échantillon. La flèche indique la variation de la température de la surface vers le centre de l'échantillon laminé. 193
Figure IV-22: En bleu : variation de la température au centre pendant le laminage à froid multi passe obtenue avec Abaqus ; en rouge : fraction volumique de martensite calculée par simulation numérique du laminage à froid à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4s - 1$ et $T = 20\ °C$; en vert : courbe de traction expérimentale ; en noir : courbes contrainte–déformation au centre pendant le laminage multi passe modélisées par simulation numérique. 193
Figure IV-23: Résultats de la simulation montrant l'évolution de a. la contrainte de cisaillement et b. la triaxialité dans la zone de déformation lors du laminage à froid. 194
Figure IV-24: Modélisation 3D du laminage à plat effectué en laboratoire..... 195
Figure IV-25: Résultat numérique de la simulation 3D sous ColdForm du laminage à plat réalisé en laboratoire à 20 °C avec la prédiction de martensite formée en vue de coupe à a. 20%, b. 40%, c. 60% et d. évolution de la fraction martensite au milieu de la pièce en fonction de la déformation. 196
Figure IV-26: Evolution de la martensite prédite sur ColdForm pour un échantillon en 304L en fonction de la profondeur normalisée pour des échantillons laminés à froid à 20%, 40% et 60%. 197
Figure IV-27: Exemple d'application d'une agrafe à béton hélicoïdale pour la consolidation d'une fissure murale. 198
Figure IV-28: Évolution de la fraction de martensite prédite lors du laminage à froid d'agrafe à béton pour a. une opération intermédiaire et b. fil fini avant bobinage. 198
Figure IV-29: Résultat numérique de la prédiction de l'usure de l'outil sur a. le profil prenant en compte la transformation de phase et b. le profil sans transformation de phase..... 199
Figure IV-30: Résultat numérique de la prédiction de l'usure de l'outil sur a. le profile en 316L et b. le profil en 302HQ. 200

Tables des Tableaux

Tableaux du Chapitre I

Tableau I-1: Effet des éléments d'alliages des aciers inoxydables austénitiques les plus communs. 31
Tableau I-2: Différentes formules pour calculer le Md30/50..... 41
Tableau I-3: Effet du durcissement structural sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable austénitique (0,052 % m. C, 17,25 % m. Cr, 12,90 % m. Ni, 2,3 % m. Mo, 0,051 % m. N, 0,73 % m. Nb (Cunat, 2025). 52

Tableaux du Chapitre II

Tableau II-1: : Composition chimique des nuances utilisées en wt%..... 68
Tableau II-2: Protocole de polissage. 73
Tableau II-3: Raies énergétiques des principaux éléments chimiques des aciers inoxydables austénitiques étudiés. 77

Tableaux du Chapitre III

Tableau III-1: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie lors d'un essai de traction sur le 316L à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$..... 116
Tableau III-2: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation (ε) lors d'un essai de traction sur le 316L à $\varepsilon p = 0{,}4\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 119
Tableau III-3: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (εp) lors d'un essai de compression sur le 316L à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 119
Tableau III-4: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation (ε) lors d'un essai de compression sur le 316L à $\varepsilon = 0{,}4\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 120
Tableau III-5: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (εp) lors d'un essai de traction sur le 302HQ à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$..... 122
Tableau III-6: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation (ε) lors d'un essai de traction sur le 302HQ à $\varepsilon = 0{,}4\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 122
Tableau III-7: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (εp) lors d'un essai de compression sur le 302HQ à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 123
Tableau III-8: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation (ε) lors d'un essai de compression sur le 302HQ à $\varepsilon p = 0{,}4\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 124
Tableau III-9: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (εp) lors d'un essai de traction sur le 304L à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 128

Tableau III-10: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (εp) lors d'un essai de traction sur le 304L à $\varepsilon = 10 - 2\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 132
Tableau III-11: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (εp) lors d'un essai de traction sur le 304L à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 50\ °C$. 134
Tableau III-12: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (εp) lors d'un essai de compression sur le 304L à $\varepsilon = 5 \cdot 10 - 4\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 137
Tableau III-13: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (εp) lors d'un essai de compression sur le 304L à $\varepsilon = 10 - 2\ s - 1\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 137
Tableau III-14: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation (ε) lors d'un essai de compression sur le 304L à $\varepsilon p = 0{,}4\ et\ T\ =\ 20\ °C$. 138
Tableau III-15: Formule Nickel et chrome équivalent suivant les formule de Koteki et Siewert (Kotecki & Siewert, 1992). 163

Tableaux du Chapitre IV

Tableau IV-1: Valeurs des coefficients de la loi de Johnson-Cook considérant un matériau monophasé. 176
Tableau IV-2: Coefficient de la loi double Johnson-Cook. 180
Tableau IV-3: Coefficient de la loi double Johnson-Cook pour le 304L considéré comme monophasé. . 181
Tableau IV-4: Coefficient de la loi de Johnson-Cook de la phase martensitique du 304L. 183
Tableau IV-5: Coefficient de la loi de double Johnson-Cook de la phase austénitique du 304L..... 183

REMERCIEMENTS

Avant de débuter les remerciements, je présente mes excuses à toutes les personnes que j'aurais oubliées.

Je tiens à remercier profondément le laboratoire LEM3 de Metz pour m'avoir accueilli durant ces années de thèse. J'y ai trouvé un environnement scientifique stimulant et propice à l'apprentissage.

Je remercie également l'entreprise partenaire pour m'avoir offert l'opportunité de réaliser cette thèse dans le cadre d'une convention CIFRE. Cette collaboration m'a permis de développer une solution à un problème concret et de faire le lien entre le monde scientifique et le monde industriel.

Je souhaite également remercier l'ANRT (Agence Nationale de la Recherche et de la Technologie) pour son soutien financier dans le cadre de cette thèse CIFRE.

Je tiens aussi à remercier les membres du jury, Madame Habraken, directeure de recherche, Monsieur Mathieu, Maître de conférences, et en particulier Madame Gaspérini, professeure émérite, et Monsieur Desrayaud, professeur des universités, pour le temps consacré à l'évaluation de ce travail et leurs remarques constructives qui ont contribué à son amélioration.

J'adresse mes sincères remerciements au Dr Eric Fleury et Dr Gautier List, directeurs de thèse au sein du laboratoire, et M. Olivier Jacquel, directeur au sein de l'entreprise, pour leurs encadrements, leurs confiances et leurs précieux conseils tout au long de ce travail. Leurs disponibilités et leurs remarques constructives ont été essentielles pour l'aboutissement de ce travail.

Je souhaite également remercier chaleureusement mes co-bureaux du laboratoire, Chloé, Yann, Delong pour leurs bonnes humeurs, leur aide et les nombreux échanges qu'ils soient scientifiques ou personnels.

Je souhaite également remercier chaleureusement Etienne Porquez, co-bureau en entreprise, pour son soutien, les discussions professionnelles et personnelles ainsi que son expertise technique sur le laminage de fil de forme. J'espère que le logiciel te sera utile à l'avenir.

Je tiens à remercier également l'ensemble du personnel du laboratoire ainsi que l'ensemble du personnel de la plateforme matériau (Micromat) et du centre de simulation numérique du LEM3 qui m'ont aidé dans de nombreuses expériences réalisées au cours de cette thèse. Plus particulièrement je souhaiterais remercier Auriane Mandrelli pour sa formation à la préparation métallographique, Jérôme Slowensky et Julien Guyon pour leur formation sur les différents MEB et détecteurs EBSD du laboratoire. Merci également à Olivier Perroud pour sa formation sur les différentes méthodes de DRX. Merci également à Luc Mohrain pour sa confiance et son aide sur l'utilisation des fours et à Marc Novelli pour son aide et sa confiance sur l'utilisation du laminoir de la plateforme Hyperdéformation.

Un grand merci à Carole Tusseau, Souksavanh Carballo, Aurore Aubry-Hanson, Laura Litscher et Kevin Galach pour leur aide et leur patience face à une personne aussi peu douée pour les papiers administratifs et promis, je ferai plus attention à mon badge.

Je tiens également à remercier l'ensemble du personnel de l'entreprise partenaire notamment Mr Silvio Tavolieri directeur générale pour sa confiance, le bureau des méthodes Guy Gérard, Fabrice Chassard, Simon Villemin pour leurs aides et discussions techniques (et d'autres plus factuels) ainsi que la compréhension des méthodes et techniques de laminage ainsi que le bureau de contrôle, Stéphanie Renoux, Pascale Bernard et Patrice Riveron pour les essais mécaniques en internes.

Je remercie également Christophe Sailley et Eric Villemin pour leurs aides administratives, Philippe Berdat pour son aide et le prêt de matériel informatique. Je remercie également Emilie Gérard, Jennifer Deny, Ramilya Grall, Ludovic Gehin, Geoffrey Prunier, Joanni Mangin, Jean-Baptiste Regnier et Jean-Yves Aubry (désolé si j'en oublie) pour les discussions techniques et moins techniques durant ces dernières années. Merci également à Didier Schmit pour ta formation à l'utilisation de TopSolid et également pour la plancha en inox, elle marche du feu de Dieu !

Je remercie également l'ENIM, école dans laquelle j'ai effectué mes cinq années d'études d'ingénieur, pour le prêt de **l'auditorium Bernard Bolle,** ainsi que pour son aide lors des essais mécaniques.

Je souhaite plus particulièrement exprimer ma gratitude à **M. Albert Tidu,** professeur des universités à l'ENIM, sans qui je n'aurais certainement pas poursuivi en thèse.

Je tiens également à remercier **Julien Capelle** pour son aide précieuse lors de la réalisation des essais mécaniques.

J'ai eu la chance d'encadrer des étudiants de 4e et 5e années de l'ENIM, motivés et rigoureux, pendant ce travail de thèse. Je leur souhaite le meilleur pour la suite de leur parcours.

Merci aux doctorants (et aux jeunes docteurs !) du labo pour leur bonne humeur, leurs conseils et leurs blagues qui ont souvent sauvé mes journées. Sans eux, le laboratoire serait un endroit un peu moins animé… et beaucoup moins drôle ! En bref, un grand merci à Chloé, Djamy, Flora, Halima, Hafsa, Lais, Layal, Maissa, Mélaine, Mégane, Tania, Adrien, Alex, Ange, Caio, Delong, Joé, Julien, Martin, Mickael, Momo, Nenad, Nicolas, Noé, Paul, Renaud, Yann et à d'autres que j'oublie certainement.

Je remercie également tous mes amis qui m'ont soutenu et qui acceptent encore de me supporter après tant d'années… vous êtes courageux ! Merci à Apolline, Lucie, Mélodie, Néphéli, Sophie, Cédric, Charles, Colin, Gaetan, Jordan, Matteo, Nathan, Quentin, Thomas.

Enfin, je souhaite exprimer toute ma reconnaissance à ma famille pour son soutien sans faille, son écoute, ses encouragements constants et son amour tout au long de ces années. Un grand merci à mes parents, mon frère futur docteur également et à ma sœur a qui je souhaite le meilleur.

Et enfin je remercie tout particulièrement ma copine, Charlotte, pour sa compréhension, son soutien quotidien et indéfectible, ainsi que pour ses encouragements et sa patience durant les périodes les plus intenses de cette thèse.

Merci à tous.

RÉSUMÉ

Les demandes croissantes de produits toujours plus compétitifs, combinant des propriétés physiques et mécaniques spécifiques, imposent aux industries une connaissance de plus en plus accrue du comportement des matériaux. Parmi ces entreprises, l'entreprise partenaire spécialiste du laminage et du tréfilage à froid de fils en aciers inoxydables austénitiques souhaite développer un outil performant permettant de maîtriser et d'optimiser ses procédés.

Caractérisés par une bonne écrouissabilité et une excellente résistance à la corrosion, ces aciers sont utilisés dans divers domaines d'application tels que l'aéronautique, le nucléaire, le transport ou encore l'agroalimentaire. Cependant, suivant leurs compositions chimiques, la métastabilité de la phase austénitique à basse température les rendent susceptibles de former de la martensite induite par déformation.

Cette transformation de phase présente à la fois des avantages et des inconvénients : elle permet d'améliorer la résistance du matériau, mais cette phase plus dure réduit drastiquement sa capacité à se déformer. Malgré le savoir-faire de l'entreprise, des problèmes persistent. L'apparition de la martensite induite par déformation provoque localement de fortes contraintes, pouvant entraîner des rebuts, une usure prématurée des outils de mise en forme ou encore des défaillances lors de l'utilisation finale.

L'objectif industriel de cette thèse est de fournir à l'entreprise un outil capable de prévoir, visualiser et analyser les risques, afin de mettre en place des actions préventives et correctives. Cet outil doit permettre de s'affranchir des campagnes d'échantillonnage, parfois étalées sur plusieurs semaines et bloquant une ligne de production. Pour cela, le logiciel de simulation numérique ***ColdForm+®*** a été acquis.

Cette étude a été divisée en deux parties : une étude expérimentale et une approche numérique.

L'objectif de la partie expérimentale est de caractériser la microstructure et le comportement mécanique de trois nuances d'acier, à savoir le 304L, le 316L et le 302HQ. Pour ce faire, des essais de traction et de compression ont en premier lieu été réalisés. Ces essais ont permis de mettre en évidence l'importance de la composition chimique dans la transformation de phase, en particulier l'ajout du cuivre dans la nuance 302HQ rarement étudiée dans la littérature, joue un rôle de stabilisation de la phase austénitique. L'étude sur les modes de sollicitation montre que le 316L se révèle totalement stable peu importe l'état de contrainte, la vitesse ou la température. Le 302HQ quant à lui produit une quantité quasi négligeable de martensite alors que le 304L subit une forte transformation. Cette transformation est favorisée par de faibles vitesses de déformation, de basses températures et des sollicitations de type compression. Cependant au-delà de 100 °C, aucune transformation n'est observée dans cette nuance que ce soit en traction ou en compression uniaxiale. Les essais de laminage ont montré que pour le 304L, il est tout de même possible de former de la martensite même à des températures avoisinant les 100 °C en raison d'un état de contrainte mixte au niveau de l'entrefer.

L'objectif de la partie numérique a été de reproduire numériquement le procédé de laminage afin d'analyser l'évolution des contraintes, de l'usure et de la transformation de phase sur le 304L. Dans un premier temps des sous-routines VUMAT combinant les lois de Johnson–Cook et d'Olson–Cohen ont été développées et utilisées, d'abord en 2D puis en 3D sur des géométries simples, avant d'être appliquées à des formes plus complexes. Les résultats des premières simulations montrent qu'une température plus basse au cœur du fil favorise la formation de martensite, contrairement aux zones en contact avec les rouleaux plus chauds. Par la suite, des simulations ont également été menées sous ***ColdForm+®***, permettant d'intégrer l'usure des rouleaux.

La confrontation entre les résultats numériques et expérimentaux constitue une étape clé pour la validation du modèle et son utilisation ultérieure comme outil prédictif et d'optimisation industrielle.

ABSTRACT

The increasing demand for higher-quality products, combining specific physical and mechanical properties, requires the industry to acquire an ever deeper understanding of material behaviour. Among these companies, l'entreprise partenaire, a specialist in cold rolling and drawing of austenitic stainless-steel wires, aims to develop a powerful tool to better control and optimise its processes.

Characterised by good work-hardening capacity and excellent corrosion resistance, these steels are used in various fields of application such as aeronautics, nuclear energy, transport and the food industry. However, depending on their chemical composition, the metastability of the austenitic phase at low temperatures makes them prone to strain-induced martensite formation.

This transformation has advantages and drawbacks: while it improves the strength of the material, the harder phase drastically reduces its ductility. Despite the company's expertise, certain challenges remain. The appearance of strain-induced martensite generates localised high stresses, which may lead to scrap, premature tool wear or even failures in final use.

The industrial objective of this thesis is to provide the company with a tool capable of predicting, visualising and analysing risks, with the aim to implement preventive and corrective measures. This tool should make it possible to avoid long sampling campaigns, which can last several weeks and block a production line. For this purpose, the numerical simulation software ColdForm+® has been acquired.

This study has been divided into two parts: an experimental study and a numerical approach.

The aim of the experimental work was to characterise the microstructure and mechanical behaviour of the grades studied, namely 304L, 316L and 302HQ. Tensile and compression tests were carried out on these three grades. These tests highlighted the importance of chemical composition in phase transformation. In particular, the addition of copper in the 302HQ grade, rarely studied in the literature, was shown to play a role in stabilising the austenitic phase. The influence of stress state was also revealed, showing that compressive loading generates more martensite than tensile loading.

Tests at different strain rates and temperatures were also conducted, underlining the significance of these parameters and enabling the thermo-viscoplastic behaviour of the three grades to be characterised. These tests showed that low strain rates and low temperatures favour phase transformation. Above 100 °C, no transformation was observed in tension, even at very low strain rates ($5x10^{-4}$ s^{-1}). Rolling tests showed that it is still possible to form martensite at temperatures close to 100 °C, due to the more complex mixed stress state in the roll gap.

The aim of the numerical study was to reproduce the rolling process numerically in order to analyse the evolution of stresses, tool wear and phase transformation in the three grades. To this end, a thermo-viscoplastic constitutive model was implemented, combining the Johnson–Cook law and the Olson–Cohen model. The simulations demonstrated that the lower temperature at the core of the wire limits martensite formation, in contrast to the hotter zones in contact with the rolls.

The comparison between numerical and experimental results constitutes a key step in validating the model and in its subsequent use as a predictive and optimisation tool for industrial applications

Symboles et grandeurs

1. Modèle d'Olson et Cohen

Le modèle d'Olson et Cohen décrit la cinétique de la transformation martensitique induite par la déformation. Il relie la fraction transformée X à la déformation plastique ε.

Symbole	Signification physique	Unité / Commentaire
$f^{\alpha'}$	Fraction volumique de martensite transformée	-
ε_p	Déformation plastique équivalente	-
α	Cinétique de formation des bandes de cisaillement	-
$\alpha_1, \alpha_2, \alpha_3, \alpha_4$	Paramètres de α dépendant de la température et du mode de sollicitation	
β	Probabilité d'activation d'un site d'intersection	-
N	Constante égale à 4,5	-
Σ	Triaxialité des contraintes	-
γ	Phase austénitique (gamma)	
ε	Phase martensitique (epsilon, hexagonale compact)	
α'	Phase martensitique (cubique centrée)	

2. Paramétrage de modélisation

Symbole	Signification physique	Unité / Commentaire
η_{TQ}	Coefficient de Taylor-Quinney (généralement entre 0.85 et 0.95),	-
ρ	Densité du matériau	kg/m³
C_p	Capacité thermique massique	J/kg·K
$\bar{\sigma}$	Contrainte équivalente de Von Mises	MPa
$\Delta\varepsilon_p$	Incrément de déformation plastique.	-

3. Modèle de Johnson–Cook

Le modèle de Johnson–Cook est une loi de comportement phénoménologique décrivant la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation, de la vitesse de déformation et de la température.

Symbole	Signification physique	Unité / Commentaire
σ_y	Contrainte d'écoulement	MPa
$\dot{\varepsilon}_p$	Vitesse de déformation plastique	s^{-1}
$\dot{\varepsilon}_{pref}$	Vitesse de déformation de référence	s^{-1}
T	Température d'essais	K
T_{ref}	Température de référence	K
T_f	Température de fusion du matériau	K
A	Résistance élastique	MPa
B	Coefficient d'écrouissage	MPa
n	Exposant d'écrouissage	-
C	Coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation	-
m	Coefficient de d'adoucissement thermique	-

4. Paramètres EBSD et microstructure

Symbole	Signification physique	Unité / Commentaire
KAM	Kernel Average Misorientaion (Désorientation moyenne locale)	°
CSL	Coincidence Site Lattice (Réseaux de coïncidence après rotation)	-
Σ	Rapport du volume du CSL au volume du réseau de base. Degré de coïncidence	-
Ds	Dislocations	-
SF	Stacking Fault (Faute d'empilement)	-
SFE	Stacking Fault Energy (Energie de Faute d'empilement)	mJ/m²,
Ms	Martensite Start (Température de début de formation de martensite)	°C
Mf	Martensite Finish (Température de fin de formation de martensite)	°C
Md	Température maximale de formation de la martensite par déformation	°C
Md30/50	Température correspondant à 50% de phase transformée pour 30% de déformation	°C

INTRODUCTION

1. Contexte et enjeux industriels

Les besoins en matériaux présentant des propriétés mécaniques et physiques toujours plus ciblées et diversifiées sont de plus en plus importants dans de nombreux secteurs industriels (aéronautique, nucléaire, automobile, agroalimentaire, énergie...). Les sociétés industrielles sont confrontées de plus en plus au besoin de comprendre et de maîtriser le comportement des matériaux dès leurs conceptions, afin de répondre aux besoins des clients.

Dans ce contexte de performance, les aciers inoxydables austénitiques tels que le 304L, le 316L et le 302HQ occupent une place importante. Ils disposent d'une excellente ductilité, écrouissabilité et résistance à la corrosion, ce qui en fait des matériaux de choix pour de nombreuses applications. Cependant, leurs métastabilités à température ambiante et négative induisent des phénomènes de transformation de phases induite par déformation plastique (effet TRIP) pouvant modifier leur comportement durant la mise en forme du produit.

La société partenaire, est un acteur majeur dans le domaine du laminage et du tréfilage de fil à froid des aciers inoxydables austénitiques. L'entreprise, dont près de 80% du chiffre d'affaires de l'année 2023 provient de la mise en forme des aciers inoxydables austénitiques, a développé un savoir-faire reconnu dans divers domaines d'application industrielles. Néanmoins, malgré cette expertise poussée dans ces domaines, des défis industriels majeurs persistent. L'apparition de la martensite induite par la déformation peut engendrer localement des artefacts provoquant une usure prématurée des outils voire des casses ainsi que des défauts de surface tels que le délaminage, de la fissuration provoquant des rebuts coûteux **(Figure 1)**.



Figure 1: Problèmes rencontrés chez l'entreprise partenaire.

Ces difficultés limitent l'optimisation des procédés et imposent des campagnes d'essais longues et coûteuses. Un partenariat a donc été signé entre l'entreprise partenaire et l'Université de Lorraine sous la forme d'une thèse CIFRE avec un but précis : fournir un outil numérique prédictif, capable de simuler la mise en forme, de visualiser les transformations de phase et d'anticiper les défauts et problèmes potentiels. Dans ce cadre, l'entreprise a investi dans le logiciel ColdForm de Transvalor.

2. Contexte et enjeux scientifique

À température ambiante, les aciers inoxydables austénitiques présentent une microstructure cubique face centrée austénitique γ (FCC). Leur écrouissabilité élevée résulte des mécanismes de glissement de dislocations et de maclage (Shen et al., 2012). Selon leurs compositions chimiques, ces aciers peuvent subir, sous l'effet d'une déformation plastique et en dessous d'une température critique, une transformation martensitique. Cette transformation peut conduire directement à la formation de la martensite α' (magnétique) de structure quadratique (tétragonale) ou indirectement à la formation d'une phase intermédiaire de martensite ε de structure hexagonale compacte (paramagnétique).
Ces mécanismes de transformation sont activés par des phénomènes microstructuraux tels que les bandes de cisaillement, les fautes d'empilement ou les macles mécaniques (Christian & Mahajant, 1995; Hirth et al., 1983; Mahajan & Chin, 1973).
La transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$ ou $\gamma \rightarrow \varepsilon \rightarrow \alpha'$ entraîne un durcissement qui permet d'augmenter les caractéristiques mécaniques mais réduit drastiquement la ductilité des aciers et la formabilité des pièces tout en induisant une usure des outils.
L'apparition de la martensite dépend de la température caractérisée par le paramètre Md (température à partir de laquelle il est possible de créer de la martensite par déformation), de la vitesse de déformation et du type de sollicitation (traction, compression, cisaillement…) (Olson & Cohen, 1972). Ces phénomènes, bien que largement étudiés, restent complexes et difficilement prédictibles notamment dans les procédés de laminage à froid de produits à géométrie complexe.

3. Verrous scientifiques

De nombreux travaux ont été consacrés à la modélisation de la transformation de l'austénite en martensite lors d'une sollicitation mécanique. Le modèle cinétique proposé par Olson et Cohen (Olson & Cohen, 1975) a constitué une base de référence en décrivant l'évolution de la fraction de martensite en fonction de la déformation plastique. Stringfellow et ses collègues (Stringfellow et al., 1992) ont ensuite généralisé ce modèle en intégrant l'influence des contraintes. Tomita et Iwamoto (Iwamoto et al., 1998, 1998) y ont introduit la dépendance à la vitesse de déformation et à la température. Ces modèles ont été implémentés dans des codes éléments finis tels qu'ABAQUS**,** permettant une reproduction réaliste des réponses expérimentales.

Cependant, la littérature reste majoritairement centrée sur les essais simples de traction et compression ou de laminage symétrique de tôles. Peu d'études abordent le laminage de profils complexes et l'utilisation des logiciels d'éléments finis récents tels que ColdForm et est peu fréquente. Des travaux préliminaires (Cao et al., 2015) ont néanmoins montré le potentiel de ce logiciel à prédire l'écrouissage et l'endommagement des aciers inoxydables austénitiques ouvrant des perspectives intéressantes pour l'optimisation dans le milieu industriel.

Les verrous scientifiques identifiés sont :

- Le couplage entre déformation plastique, transformation de phase et conditions thermomécaniques
- La prise en compte des microstructures réelles et leurs hétérogénéités
- L'extension des modèles aux procédés industriels complexes

4. Objectifs de la thèse

Cette thèse vise à développer un modèle constitutif pour trois nuances d'aciers inoxydables austénitiques (304L, 316L et 302HQ) capable de reproduire les effets de la transformation martensitique induite par la déformation dans les conditions industrielles. Il s'agit donc de mener une analyse expérimentale approfondie par MEB et DRX des mécanismes de transformation de phases en étudiant l'influence des paramètres thermomécaniques tels que la température, la vitesse de déformation et le mode de sollicitation. Pour cela, des essais interrompus à différents niveaux de déformations ont été réalisés entre 20 °C et 200 °C. Ces résultats expérimentaux serviront ensuite à développer et calibrer un modèle thermo-viscoplastique couplé à la transformation de phase prenant en compte la triaxialité des contraintes. Ce modèle sera ensuite implémenté sous forme de sous-routines (VUMAT) intégrées aux logiciels ABAQUS et ColdForm dans le but de rendre son utilisation directement accessible aux opérateurs industriels. Ce modèle a été validé par des simulations numériques appliquées à des procédés de laminage et en confrontation directe avec les résultats expérimentaux et industriels fournis par l'entreprise partenaire.

5. Organisation du manuscrit

Ce manuscrit se divise en quatre grands axes.

Le premier axe est consacré à une revue bibliographique portant sur les aciers inoxydables austénitiques, leurs mécanismes de déformation ainsi que sur l'effet TRIP. Une attention particulière est portée à la description des modèles de cinétiques de transformation de phases proposés dans la littérature avec leurs évolutions.

Le deuxième axe présente la méthodologie expérimentale mise en œuvre au cours de cette thèse. Elle décrit les dispositifs utilisés, les conditions d'essais mécaniques et thermiques ainsi que les techniques de caractérisation utilisées pour étudier les mécanismes de déformations, l'évolution microstructurale et la transformation de phase.

Le troisième axe rassemble et discute les résultats du comportement mécanique avec les observations microstructurales. Il met en évidence l'influence des différents paramètres (température, vitesse de déformation, état de contrainte) sur la cinétique de transformation martensitique et propose une analyse microstructurale détaillée afin de mieux comprendre les mécanismes en jeu lors de la déformation sous chargement uniaxial et sous laminage. Pour ce faire, les analyses de macles, de fraction de martensite et du paramètre KAM qui traduit la désorientation locale en fonction de la déformation ont été exploitées afin d'expliquer les différences de comportement mécanique observées entre les trois nuances étudiées.

Le dernier axe est dédié à la modélisation et aux simulations numériques. Un modèle constitutif couplé thermiquement à la transformation de phase est présenté et implémenté sous forme de sous-routines dans les logiciels Abaqus et ColdForm. Les simulations réalisées permettent de confronter les prédictions numériques aux observations expérimentales et d'évaluer la pertinence du modèle dans un cadre industriel.

Le manuscrit se termine par une conclusion générale et quelques perspectives sont proposées.

Chapitre I :

Bibliographie sur les aciers inoxydables

Ce chapitre sert d'état de l'art et décrit le comportement mécanique et microstructuraux des aciers inoxydables austénitiques. Il présente les principaux mécanismes de déformation (glissement, maclage, transformation martensitique), ainsi que l'influence des paramètres métallurgiques et thermomécaniques comme la température, la vitesse de déformation, la taille de grain ou la composition chimique. Une attention particulière est portée sur les mécanismes de transformation de phase et particulièrement sur l'effet TRIP (transformation induite par déformation). Le modèle d'Olson et Cohen y est également décrit afin de poser les bases théoriques indispensables à la modélisation et à l'interprétation des résultats expérimentaux.

1.Introduction sur les aciers inoxydables

Les aciers inoxydables ont été développés au début du XXe siècle. Les chercheurs de l'époque cherchaient un matériau plus résistant à la corrosion que l'acier au carbone. Les premiers travaux sur cet acier ont été effectués par l'ingénieur métallurgiste Harry Brearley en étudiant les problèmes d'érosion des canons d'armes à feu. Il mit au point un acier nommé Rustless Steel (acier sans rouille), connu sous le nom d'acier inoxydable aujourd'hui. Le premier acier inoxydable était un alliage comportant 0,24 % en masse de carbone et 12,8 % en masse de chrome, obtenu par coulée continue dans un four à arc électrique en 1913.

En 1912, Eduard Maurer, chimiste, et Benno Strauss, physicien allemand, mirent au point et brevetèrent le tout premier acier inoxydable austénitique, contenant environ 21 % de chrome et 7 % de nickel. Cet acier nommé Nirosta se caractérise par une structure austénitique stable, une excellente résistance à la corrosion et une bonne aptitude au formage. Elle regroupe aujourd'hui les nuances les plus utilisées dans l'industrie, telles que le 304L ou le 316L.

Depuis, le développement des aciers inoxydables s'est poursuivi en diversifiant les compositions chimiques et les microstructures pour répondre aux besoins spécifiques d'une multitude de secteurs industriels (agroalimentaire, automobile, construction, aéronautique, pétrochimique…). Au fil du temps, les recherches ont permis de développer plusieurs familles d'aciers inoxydables répondant à un besoin précis. Il existe aujourd'hui quatre grandes familles :

- Aciers inoxydables ferritiques : Ils offrent une excellente aptitude au formage à chaud et présentent un bon compromis entre résistance mécanique et ductilité. Ces aciers sont principalement utilisés dans des applications nécessitant une bonne résistance à la corrosion tout en conservant une certaine capacité de déformation.
- Aciers inoxydables austénitiques : Dotés d'un fort potentiel d'écrouissage et d'une excellente ductilité, ces aciers sont particulièrement adaptés aux applications où la résistance à la déformation et la flexibilité sont cruciales. Ces aciers seront étudiés plus en détail dans le cadre de cette recherche.
- Aciers inoxydables martensitiques : Ces alliages sont connus pour leur excellente trempabilité et leurs hautes limites d'élasticité. Cependant, leur ductilité est relativement faible, ce qui les rend moins adaptés aux environnements où une grande capacité de déformation est nécessaire.
- Aciers inoxydables duplex : Ils se caractérisent par une structure biphasée ferrite-austénite, offrant ainsi une combinaison avantageuse de résistance mécanique, de ductilité et de résistance à la corrosion, ce qui les rend adaptés aux conditions d'utilisation difficiles.

1.1. Généralités sur les aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables allient une excellente résistance à la corrosion et à l'oxydation à des propriétés mécaniques remarquables (résistance, ductilité, ténacité), conservées sur une large plage de températures (du cryogénique à plus de 1000 °C). Ces caractéristiques en font des matériaux de choix pour des secteurs variés : chimie, pétrochimie, agroalimentaire, énergie, transports, construction et génie civil (Cunat, 2025).

Faciles à mettre en forme (déformation à froid, soudage, etc.) et entièrement recyclables avec un taux de recyclage élevé, ils conservent leurs propriétés après recyclage. Leur structure repose principalement sur le système Fe-Cr-Ni, base de la plupart des nuances existantes **(Cunat, 2025).**

Le chrome est l'élément clé des aciers inoxydables (Tedmon et al., 1971), mais l'ajout de nickel améliore significativement leur résistance à la corrosion, stabilise la structure austénitique et renforce la couche passive d'oxyde de chrome. Il augmente aussi la ductilité, la ténacité et la résistance à l'oxydation à haute température, rendant ces alliages adaptés aux environnements extrêmes.

Le nickel, de structure CFC, élargit la boucle γ dans le diagramme de phases Fe-Cr-Ni, stabilisant l'austénite sur une large plage de températures (ex. : 500 °C à la fusion pour un alliage 18 % Cr avec 8-10 % Ni). Cela optimise la stabilité thermique et les propriétés mécaniques à haute température **(Figure I-1).**

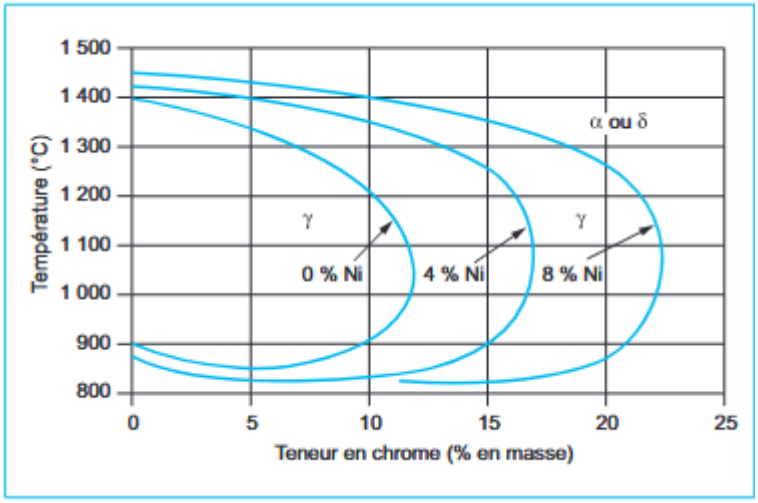

Figure I-1: Coupe du diagramme ternaire Fe-Cr-Ni pour des teneurs croissantes en nickel (Cunat, 2025).

Pour répondre à des applications spécifiques (aéronautique, industrie chimique), plusieurs nuances ont été développées par ajustement des éléments d'alliage **(Figure 1-2)**. La nuance 304 (16-18 % Cr, 8-10 % Ni, < 0,05 % C), austénitique, couvre près de 80 % des usages grâce à ses propriétés mécaniques et sa résistance à la corrosion.

Des adaptations permettent d'optimiser ses performances :

- Réduction du carbone (304L) : améliore la soudabilité et limite la formation de carbures de chrome.
- Ajout de molybdène (2 %, ex. 316) : renforce la couche passive et la résistance aux chlorures et milieux salins.
- Ajout de titane ou niobium (321, 347) : prévient la corrosion intergranulaire à haute température (450-850 °C) en formant des carbures de Ti/Nb plutôt que de $Cr_{23}C_6$.
- Ajustement Cr/Ni (301, 309, 310) : modifie les propriétés mécaniques et la stabilité de l'austénite.

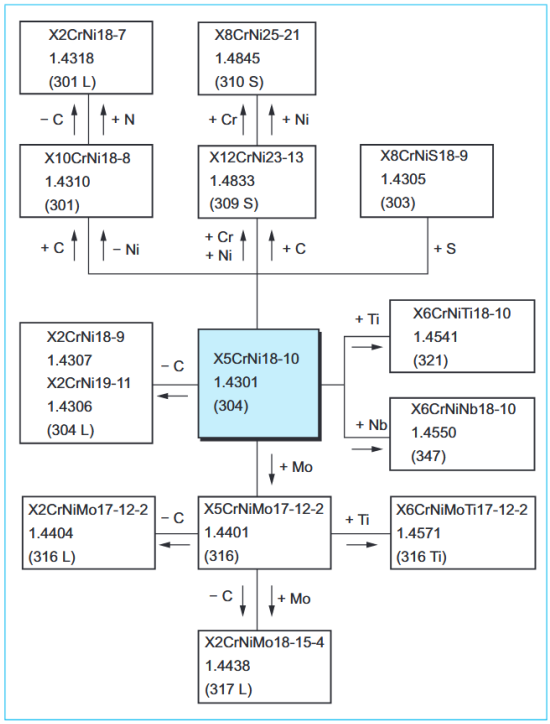

Figure I-2: Les principaux aciers inoxydables austénitiques au chrome nickel dérivés de la nuance 304 (Cunat, 2025).

La diversité des éléments d'alliage dans les aciers inoxydables a conduit au développement de formules d'équivalence et de diagrammes prédictifs de microstructure, basés sur le pouvoir α-gène (stabilisant la ferrite) ou γ-gène (stabilisant l'austénite) de chaque élément. Les équivalents en chrome et en nickel sont calculés par somme pondérée de ces éléments.

Parmi les diagrammes les plus utilisés :

- Pryce & Andrews (Pryce & Andrews, 1960) : prédit la structure des alliages Fe-Cr-Ni à 1150 °C après austénitisation.
- Schaeffler (Schaeffler, 1949) : prévoit la microstructure à partir de l'état liquide, surtout pour les joints soudés.
- DeLong (Delong, 1974) : améliore le diagramme de Schaeffler en intégrant l'effet de l'azote, décalant la ligne Austénite/Austénite + Ferrite.
- Kotecki & Siewert (Kotecki & Siewert, 1992) : ajoutent l'effet du cuivre dans le nickel équivalent **(Figure I-3)**, bien que les coefficients proposés varient selon les études (Spencer et al., 2004; Wessman, 2013).

Ainsi, la nuance 304L (moins de Ni) favorise la transformation de phase, tandis que le 316L (plus de Ni et

Mo) et le 302HQ présentent une austénite plus stable. L'effet des principaux éléments d'alliage est détaillé dans le **Tableau I-1**

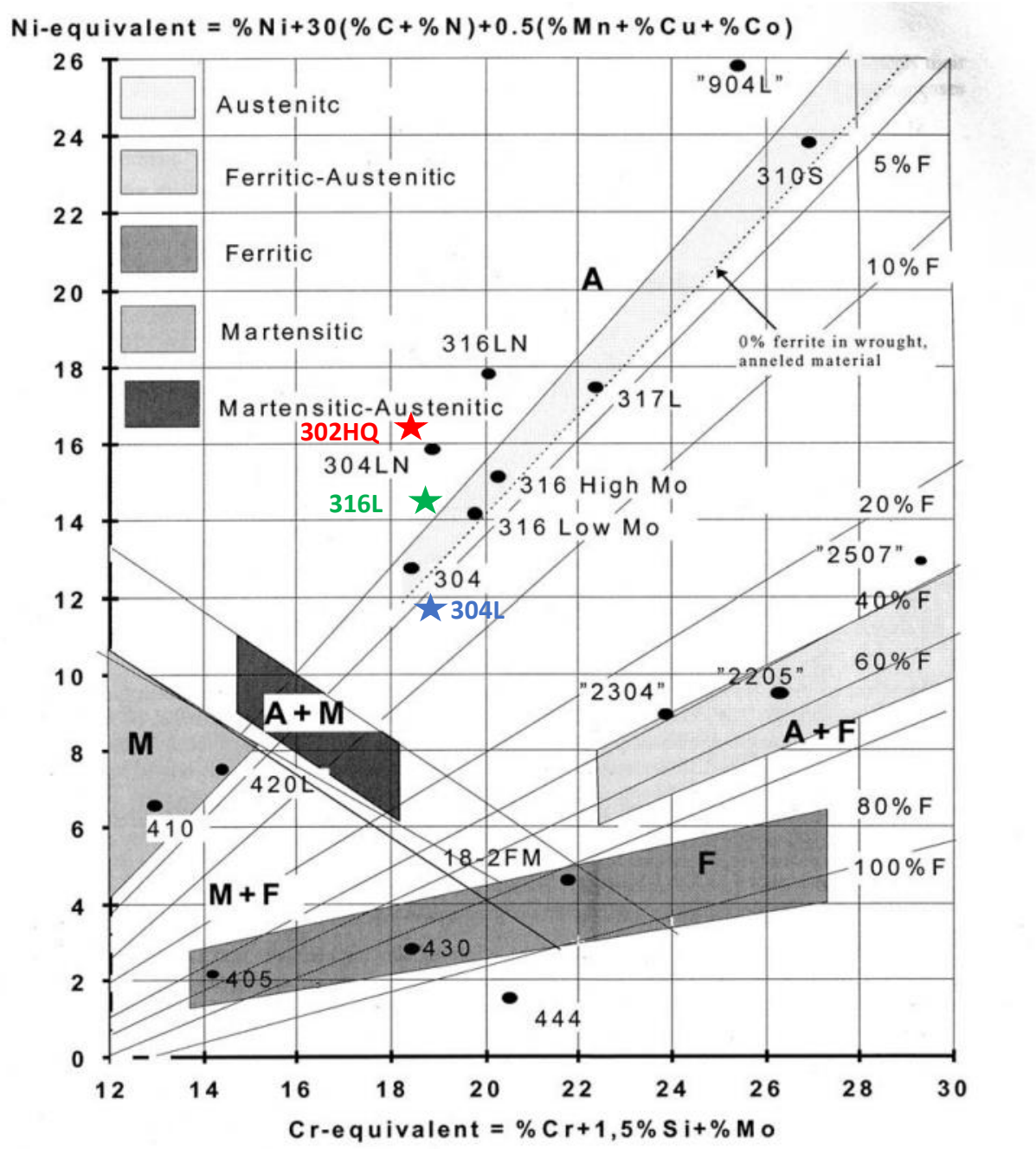

Figure I-3: Diagramme de Scheaffler - DeLong (Delong, 1974) modifié par Koteki – Siewert (Kotecki & Siewert, 1992), les compositions des alliages étudiés dans cette étude (304L, 316L et 302HQ) sont indiquées par des étoiles.

Tableau I-1: Effet des éléments d'alliages des aciers inoxydables austénitiques les plus communs.

	Elément	Teneur (%m.)	Effets sur les propriétés d'emploi
α-gène	Le molybdène	< 7%	Améliore la résistance à la corrosion par piqûres. Augmente la résistance au fluage. Possible altération de la résistance à la corrosion et des caractéristiques mécaniques par précipitation de composés intermétalliques entre 500 et 1000 °C.
	Le titane et Le niobium	< 1%	Augmente la résistance à la corrosion intergranulaire grâce à leur affinité avec le carbone. Permet le durcissement. Le niobium augmente le risque de fissuration à chaud au soudage.
	Le silicium	< 2,5%	Améliore les propriétés d'emploi à haute température. Diminue la résistance à la fissuration lors du soudage. Au-delà de 2,5 %, a un effet σ-gène à éviter (phase intermétallique fragile).
γ-gène	Le carbone	< 1,2%	Puissant γ-gène Permet le durcissement de l'austénite par solution solide. Diminue la résistance à la corrosion intergranulaire par précipitation de carbure de chrome aux joints de grains.
	L'azote	< 0,5%	Puissant γ-gène Permet le durcissement de l'austénite par solution solide sans diminuer la résistance à la corrosion intergranulaire.
	Le manganèse	< 2%	Améliore la trempabilité. Sensibilité à la surchauffe au cours de l'austénitisation. Augmentation de la fragilité au revenu.
	Le souffre	< 0,2%	Améliore considérablement l'usinabilité. Diminue la résistance à la corrosion par piqûres.
	Le phosphore	< 0,04%	Augmente la fragilité car ségrége aux joints de grains ou forme des eutectiques à basse température avec de nombreux éléments ou impuretés.

Les aciers inoxydables austénitiques (304L, 316L, 302HQ) présentent un module d'élasticité d'environ 190 GPa à température ambiante. Leur limite d'élasticité (150–200 MPa) varie selon le procédé d'élaboration et de mise en forme (en fait la microstructure) et les conditions de sollicitation (chargement, température/déformation).

La résistance maximale conventionnelle à la traction diffère selon la composition :

- 304L : 550–650 Mpa (*AGST Draht & Biegetechnik | Edelstahldraht | Drahtbiegen*, 2025; *Prodotti Lunghi In Acciaio Inossidabile | Cogne Acciai Speciali | Aosta*, n.d.; Milad et al., 2008).
- 316L : 500–600 MPa (la teneur en nickel et l'ajout de molybdène stabilisent l'austénite (Desu et al., 2016; Liu et al., 2024; Mafra Monfredo Ferreira et al., 2024), réduisant la résistance).
- 302HQ : résistance encore plus faible (le cuivre stabilise l'austénite et augmente la malléabilité) (Gilapa et al., 2015; Huang et al., 2023).

1.2. Mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques

Les mécanismes de déformation les plus souvent observés dans les aciers inoxydables austénitiques sont les déformations par glissement des dislocations et par maclage (Christian & Mahajant, 1995; Hirth et al., 1983; Mahajan & Chin, 1973). Plusieurs facteurs dépendent de l'activation de ces mécanismes tels que la vitesse de déformation, la taille de grain, la température, et l'énergie de fautes d'empilement. Ces effets seront étudiés plus loin dans ce **chapitre.**

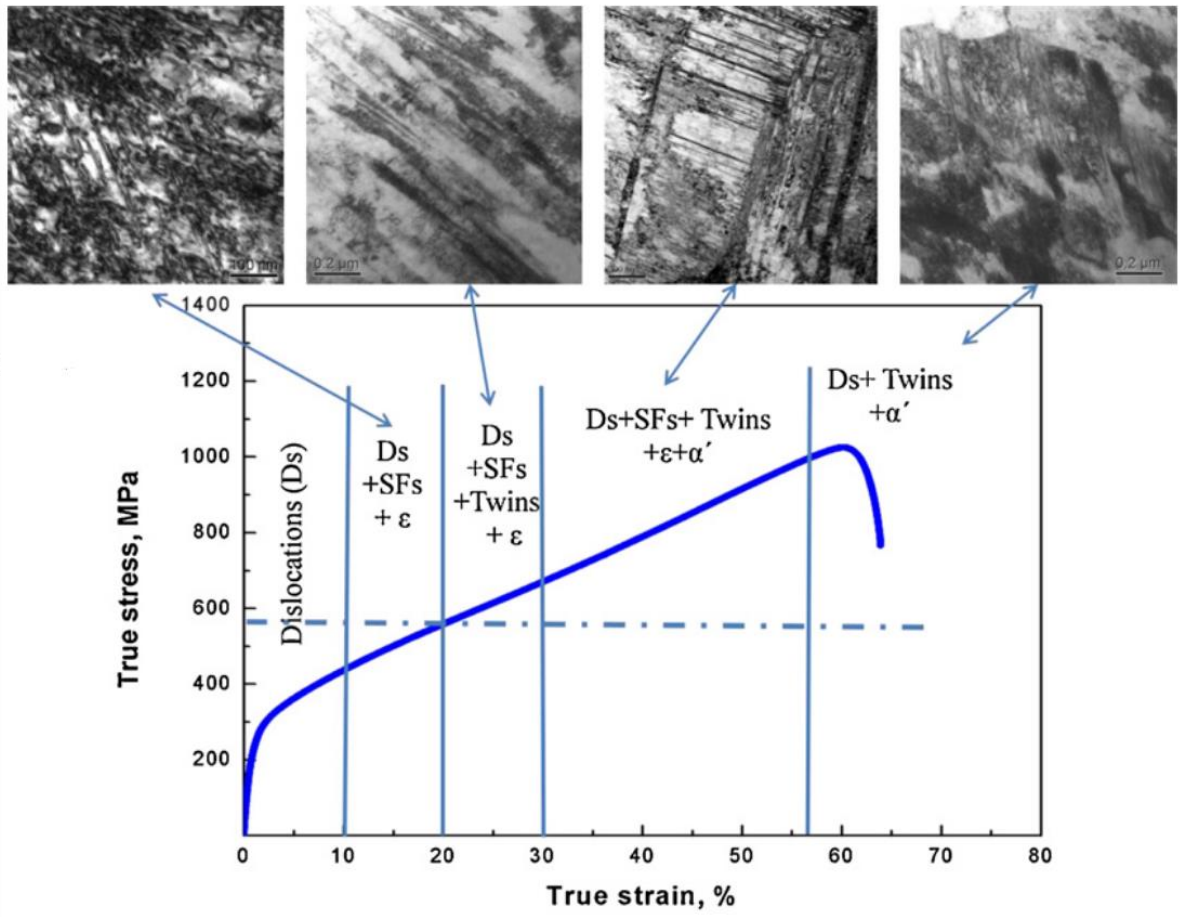

Figure I-4: Mécanisme de déformation du 304L suivant un essai de traction monotone avec des images MET (Shen et al., 2012).

La **Figure I-4** présentée par Shen (Shen et al., 2012) illustre les principaux mécanismes de déformation dans les aciers inoxydables austénitiques, ici le 304L. Au cours de la déformation, la microstructure évolue de façon séquentielle. Dans les tout premiers pourcentages de déformation, les glissements de dislocations dominent, puis apparaît la martensite epsilon avec des fautes d'empilement et des macles mécaniques. À des déformations plus élevées, la formation de martensite α' s'ajoute contribuant fortement à l'augmentation de la résistance mécanique. La combinaison successive de ces différents mécanismes assure une ductilité et des propriétés mécaniques élevées des aciers inoxydables austénitiques.

1.2.1. Déformation par glissement des dislocations

Dans les réseaux CFC (ex. aciers austénitiques), le glissement des dislocations vis et coins s'effectue sur les plans {111} selon les directions <110>, offrant 12 systèmes de glissement (Hull & Bacon, 2001). Ces dislocations permettent la déformation plastique sous contrainte de cisaillement, dès que celle-ci dépasse la contrainte de Peierls–Nabarro **équation [I-1]** :

$$\tau_0 = G \cdot exp\left(-\frac{2w}{b}\right) \qquad [I-1]$$

Avec G le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, w=$\frac{d}{1-\nu}$ où d est la distance interplanaire et ν le coefficient de Poisson.

Orowan (Orowan, 1934) a proposé que la déformation de cisaillement γ_{Ds}, résultante du glissement des dislocations, pouvait être décrite par la relation : $\gamma_{Ds} = \rho_{Ds} \cdot b \cdot l$ (ρ_{Ds} : densité de dislocations [m^{-2}], b : vecteur de Burgers, l : longueur moyenne de glissement). Le vecteur de Burgers (b) caractérise le déplacement atomique local : perpendiculaire à la ligne de dislocation pour une dislocation coin, parallèle pour une dislocation vis. La densité de dislocations, qui augmente avec la déformation plastique, atteint **10^{11} m^{-2}** dans un acier inoxydable austénitique recuit, et peut dépasser **10^{15} m^{-2}** après laminage (Jain & Varshney, 2025; S. Murugesan et al., 2012).

La vitesse de déformation de cisaillement peut être reliée à la vitesse de déplacement des dislocations qui dépend de la température T, de la contrainte de cisaillement appliquée τ et de la contrainte de cisaillement critique τ_0 permettant le déplacement des dislocations par une relation comme celle proposée par l'équipe de Raabe (N. Jia et al., 2012):

$$\dot{\gamma}_{Ds} = \rho_{Ds} \cdot b \cdot v_0 \cdot exp\left[-\frac{Q}{k_B \cdot T}\left(1-\frac{\tau}{\tau_0}\right)^n\right] \cdot sign(\tau) \qquad [I-2]$$

Avec v_0 la vitesse maximale théorique d'une dislocation en l'absence de barrières énergétiques, k_B la constante de Boltzmann, Q l'énergie d'activation et n un exposant supérieur à 1.

Le glissement des dislocations constitue le mécanisme fondamental de la plasticité, et contribue à l'écrouissage. Cependant l'important pouvoir d'écrouissage des aciers inoxydables austénitiques s'explique par la contrainte de cisaillement de Taylor qui s'écrit sous la forme de :

$$\tau = \tau_0 + \alpha_{Ds} \cdot G \cdot b\sqrt{\rho_{Ds}} \qquad [I-3]$$

Où α_{Ds} est un facteur d'interaction des dislocations.

La forte augmentation de ρ_{Ds} avec la déformation conduit ainsi à une élévation progressive de la contrainte. De plus, un effet Hall-Petch dynamique intervient lorsque des macles mécaniques se forment durant la déformation. Celles-ci agissent comme de nouvelles limites internes, réduisant la distance de glissement effective des dislocations (parcours libre moyen), ce qui entraîne une augmentation continue de la contrainte d'écoulement et se traduit par un écrouissage très important appelé « effet Hall-Petch dynamique » (De Cooman, 2012).

1.2.2. Déformation par maclage

Le maclage est un mécanisme de déformation clé des structures CFC, complémentaire au glissement. Il correspond à une réorganisation symétrique du réseau (symétrie miroir), pouvant être thermique (maclage de recuit) ou mécanique (sous contrainte). Ce dernier est favorisé à basse température, haute vitesse de déformation et dans les matériaux ayant une faible énergie de faute d'empilement (SFE) typique des aciers inoxydables austénitiques (SFE < 14 mJ/m², (Lu et al., 2016)). Cette énergie correspond à l'énergie par unité de surface nécessaire pour créer une perturbation dans l'empilement cristallin normal (par exemple, passer de la séquence FCC **ABCABC** à **ABCBCABC**).

Contrairement au glissement, le maclage cisaille un volume entier du cristal avec un déplacement atomique inférieur à la distance interatomique. Dans les CFC, il s'effectue sur les plans {111} avec une rotation de 60° (Mahajan & Chin, 1973) créant des interfaces qui bloquent les dislocations et durcissent le matériau **(Figure I-5)**.

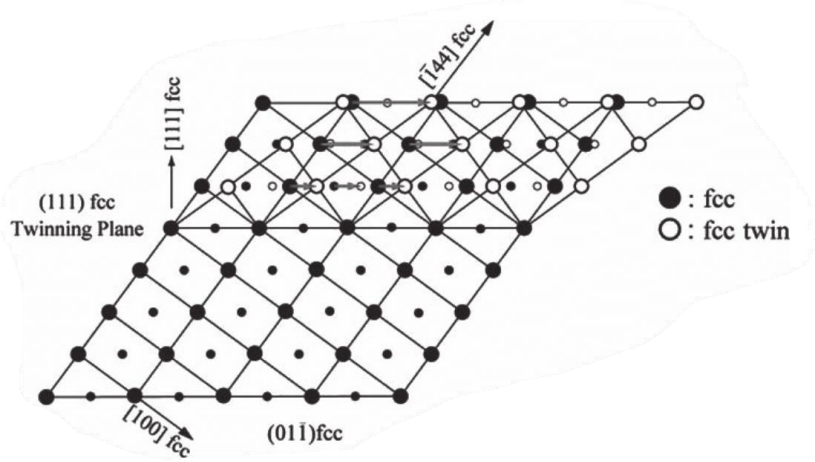

Figure I-5: Plan de macle (Suzuki et al., 2015).

La facilité de formation de ces macles est directement contrôlée par l'énergie de faute d'empilement (SFE) qui représente le coût énergétique associé à une perturbation locale de la séquence cristalline. Meyers et ses collègues (Meyers et al., 2001) ont montré que la contrainte critique de nucléation du maclage τ_{tw} est proportionnelle à la racine carrée de l'énergie de faute d'empilement suivant la formule :

$$\tau_{tw} = K_2 \sqrt{\left(\frac{SFE}{G \cdot b}\right)} \qquad [I-4]$$

Ainsi, la très faible SFE des aciers inoxydables austénitiques abaisse la contrainte de maclage et favorise l'activation de ce mécanisme.

1.3. Effet de la température et de la vitesse de déformation sur la phase gamma

L'influence de la température et de la vitesse de déformation sur la phase austénitique (γ) de l'acier inoxydable est cruciale pour comprendre son comportement mécanique, notamment en ce qui concerne l'écrouissage, l'allongement uniforme et la stabilité structurale sous sollicitation.

1.3.1. Effet de la température

Dans les structures cristallines cubiques à faces centrées (CFC), comme l'austénite, l'écrouissabilité diminue lorsque la température augmente. Autrement dit, le matériau s'écrouit moins facilement à haute température. À basse température, l'intersection entre les courbes de taux d'écrouissage et de contrainte-déformation se décale vers des déformations plus élevées (Abbaschian et al., 1992). Cela signifie qu'il faut déformer davantage le matériau pour atteindre un certain niveau de contrainte.
Cela s'explique par la contrainte nécessaire pour faire glisser les dislocations (contrainte d'écoulement), qui dépend de deux composantes :

- Une composante athermique, indépendante de la température, liée aux obstacles structurels (impuretés, joints de grains, etc.).
- Une composante thermique, liée à la température. La composante thermique diminue à mesure que la température augmente, ce qui facilite le mouvement des dislocations et réduit la contrainte d'écoulement.

Dans les métaux CFC, la composante thermique est généralement faible. Cela explique pourquoi la limite d'élasticité varie peu avec la température.
En revanche, l'écrouissage est fortement affecté par la température. Une baisse de température réduit l'énergie de faute d'empilement (SFE). Cela favorise le maclage (mécanisme de déformation par réarrangement atomique) et la formation de structures de dislocations plus complexes. Le résultat est que le taux d'écrouissage augmente à basse température.

1.3.2. Effet de la vitesse de déformation

La vitesse de déformation influence fortement la réponse mécanique des aciers inoxydables austénitiques. Une augmentation de la vitesse de déformation augmente la contrainte d'écoulement en réduisant le temps d'activation thermique, ce qui élève la limite élastique et la résistance à la traction (sensibilité positive). Des essais effectués par Lebedev et Kosarchuk sur un type 304 et 316 vont dans ce sens (Lebedev & Kosarchuk, 2000). Cependant, à des vitesses supérieures ou égales 10^{-1} s^{-1}, l'échauffement adiabatique subi par le 316 peut adoucir localement le matériau, affectant l'allongement total (Vazquez-Fernandez et al., 2019).

En régime dynamique (> 10^{3} s^{-1}), les effets d'inertie dominent : des essais sur fer Armco (El-Magd et al., 1997) révèlent des lignes d'écoulement irrégulières et des zones coniques de déformation localisée ("cônes de compression"), typiques d'une propagation rapide des ondes de contrainte. Contrairement au régime quasi-statique, la déformation s'étend hors du centre de l'éprouvette, pouvant même améliorer l'allongement après striction pour les matériaux peu ductiles. Jia et ses collègues ont également abouti à des résultats similaires pour le 304 (Byun et al., 2004).

2. Transformation induite par déformation dans les aciers inoxydables austénitiques

En plus des mécanismes de déformation classiques, tels que le glissement des dislocations ou le maclage, les aciers inoxydables austénitiques peuvent subir une transformation de phase induite par la déformation. Ce phénomène constitue un mécanisme supplémentaire de déformation et de durcissement structural pour cette classe d'aciers.

2.1. Transformation martensitique : effet TRIP (TRansformation Induced Plasticity)

La transformation martensitique dans les aciers en général se caractérise par la transformation de la phase dite « mère », ici l'austénite, en une phase nommée « fille », ici la martensite, dans les aciers inoxydables austénitiques. Découverte pour la première fois par le professeur Adolf Martens, lors d'un refroidissement rapide (trempe) après avoir chauffé l'acier dans son domaine austénitique. La phase gamma stable à haute température se transforme en martensite à partir d'une température lors du refroidissement nommée M_S (Martensite Start) et se termine à M_f (Martensite Finish). Plusieurs chercheurs ont pu déterminer cette température Ms en fonction de la composition chimique de l'acier. D'un point de vue macroscopique, la transformation martensitique reste invariante et se fait dans un plan d'interface entre la phase mère et la phase fille nommé plan d'habitat. Ce plan varie en fonction de la composition chimique.

2.1.1 Cristallographie et relations d'orientation dans les aciers inoxydables austénitiques

La transformation martensitique, sans diffusion, produit une martensite (α') qui conserve la composition chimique, l'ordre et les défauts de l'austénite mère. Sursaturée en éléments d'alliage, cette phase α' voit son paramètre de maille et son réseau cristallin modifiés. Selon Lacombe et al. , une teneur élevée en carbone peut transformer sa structure cubique centrée en quadratique (Lacombe et al., 1990).

La **Figure I-6** illustre l'évolution des paramètres de maille de l'austénite a_γ, ainsi que ceux de la martensite ($a_{\alpha',q}$ et $c_{\alpha',q}$ et), en fonction de la teneur en carbone. Moyer et Ansell (Moyer & Ansell, 1975) ont par ailleurs montré que cette transformation s'accompagne d'une dilatation, d'autant plus marquée que la teneur en carbone est élevée : de 2 % à 0,19 %m de carbone, elle atteint 3,1 % à 1,01 %m pour les aciers faiblement alliés.

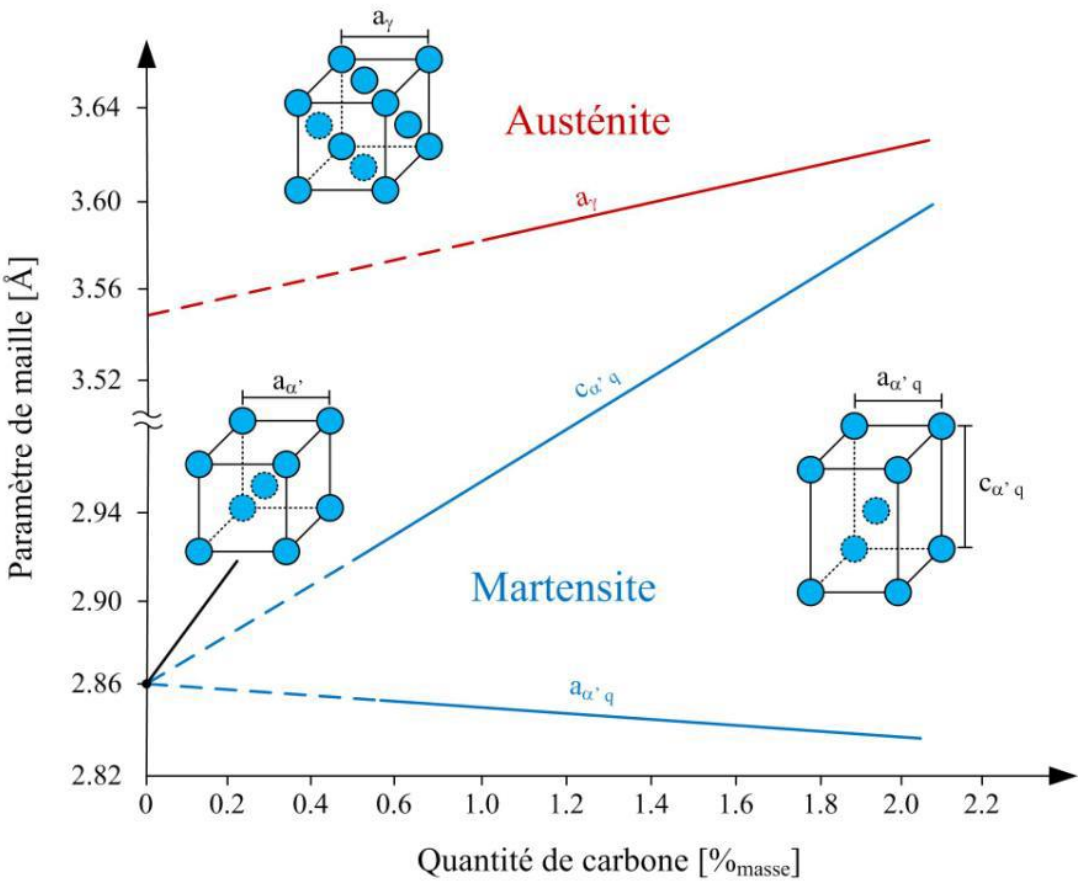

Figure I-6: Modification des paramètres de maille a_γ de l'austénite et de la martensite a_α, et c_α, en fonction de la quantité de carbone insérée (Novelli et al., 2017).

La littérature montre que la teneur en carbone des aciers inoxydables influence le plan invariant entre l'austénite et la martensite. Pour les aciers à faible teneur (<0,5 % m), ce plan est {111} ; entre 0,5 et 1,4 % m, il devient {225} ; au-delà, {259}.

La transformation austénite (CFC) → martensite (CC) est décrite par plusieurs relations d'orientation. La relation de Bain (Bain, 1924) explique la déformation homogène entre les réseaux CFC et CC **(Figure I-7)**. Pour les aciers pauvres en carbone, la relation de Kurdjumow-Sachs (KS) est privilégiée (Kurdjumow & Sachs, 1930). Elle associe les plans denses {111} (austénite) et {110} (martensite), avec 24 variants possibles. À plus haute teneur en carbone, les relations Nishiyama-Wassermann (NW) et Greninger-Troiano (GT) dominent, avec 12 variants pour NW. KS et NW diffèrent par un écart angulaire d'environ 5,26° (Greninger & Troiano, 1949; Nishiyama, 1934; Wassermann, 1935).

Enfin, Choudhuri et CampBell (Choudhuri & CampBell, 2020) ont montré que les interfaces NW favorisent les fautes d'empilement via des dislocations partielles, tandis que les interfaces KS, plus stables, facilitent la formation de macles. Sous contrainte, les interfaces NW accumulent plus de déformation permanente que les KS.

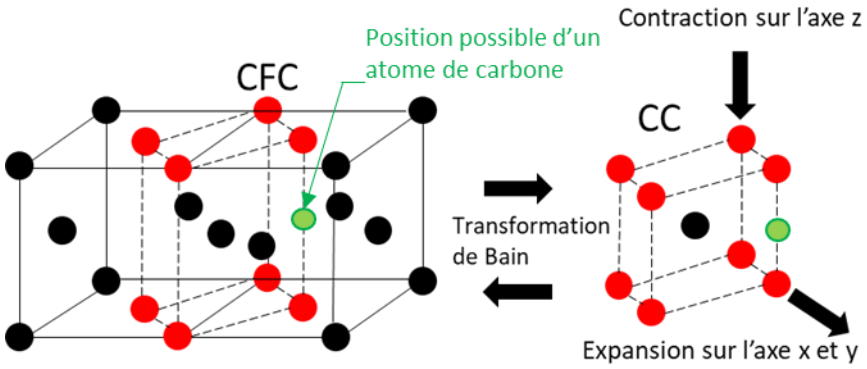

Figure I-7: Relation de Bain.

Les aciers inoxydables austénitiques sont pour la plupart des aciers à faible teneur en carbone (< 0.08%m). Les relations d'orientation de Kurdjumov–Sachs (KS) sont généralement privilégiées entre les phases γ (austénite) et α' (martensite). Des travaux de Kelly (Kelly, 1965) ont montré que la martensite ε peut intervenir dans le mécanisme de transformation, en facilitant la formation de la martensite α' via une relation cristallographique favorable.

2.1.2. Thermodynamique des transformations martensitiques : martensite thermique vs martensite induite par déformation

2.1.2.1. Transformation martensitique par traitement thermique

La martensite thermique résulte d'un refroidissement rapide et sans diffusion, entraînant une modification de la structure cristalline. Sa formation est régie par la variation d'énergie libre de Gibbs : elle apparaît lorsque son énergie devient inférieure à celle de l'austénite (**Figure 1-8**).

L'interface entre austénite et martensite, due à leurs structures distinctes, crée une barrière énergétique (énergie interfaciale). Ainsi, bien que l'équilibre thermodynamique soit atteint à la température T_0, la transformation ne débute qu'à une température plus basse, Ms, lorsque la force motrice dépasse les résistances énergétiques (Kostorz, 2001). Ms dépend de la taille des grains, de la composition chimique et de l'état de contrainte.

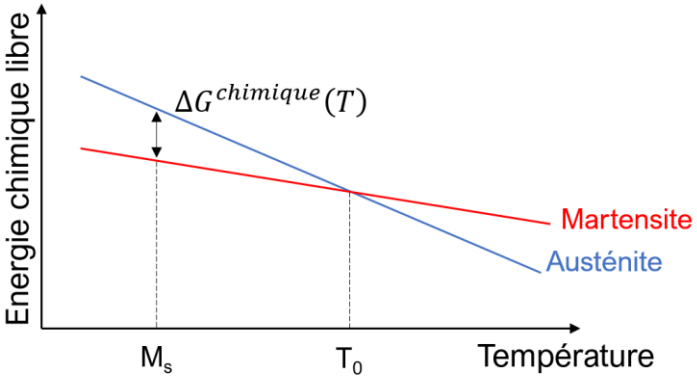

Figure I-8 Énergie de fautes d'empilement.

La transformation martensitique peut être décrite par la variation d'énergie libre totale notée $\Delta G^{tot}_{\gamma\rightarrow\alpha'}(T)$ qui correspond à la somme des différents termes énergétiques intervenant dans l'opération.

$$\Delta G^{tot}_{\gamma\rightarrow\alpha'}(T) = \Delta G^{chimique}(T) + \Delta G^{interfaciale}(T) + \Delta G^{élastique}(T) + \Delta G^{plastique}(T) \qquad [I-5]$$

Deux grandes catégories y contribuent donc, les énergies chimiques et les énergies non chimiques :

$$\Delta G^{tot}_{\gamma\rightarrow\alpha'}(T) = \Delta G^{chimique}(T) + \Delta G^{non\ chimique}(T) \qquad [I-6]$$

$\Delta G^{chimique}(T)$: composante chimique, moteur de la transformation, liée à la différence d'énergie libre de Gibbs entre l'austénite (γ) et la martensite (α') à température T.

$\Delta G^{non\ chimique}(T)$: composante non chimique qui regroupe les énergies interfaciales élastiques, éventuellement plastiques, et d'autres résistances internes.

La transformation de phase commence lorsque $\Delta G^{tot}_{\gamma\rightarrow\alpha'}(T) = 0$ donc lorsque $\Delta G^{chimique}(T) = -\Delta G^{non\ chimique}(T)$. Cette condition définit donc la température Ms inférieure à To (voir **Figure 1-8**).

Plusieurs travaux ont été menés pour déterminer empiriquement la température Ms dans divers alliages, notamment Andrews (Andrews, 1965) et Stevens & Haynes (Stevens & Haynes, 1956) sur des aciers faiblement alliés, ainsi qu'Angel (Angel, 1954) sur des aciers à trois composants. Par ailleurs, plusieurs équations empiriques sont également disponibles pour estimer la température Ms des aciers inoxydables austénitiques, dont quelques exemples sont donnés ci-dessous :

Eichelman & Hull (Eichelman & Hull, 1953)

$$M_s(°C) = 1350 - 1665 * (C+N) - 28 * Si - 33 * Mn - 42 * Cr - 61 * Ni \qquad [I-7]$$

Pickering (Pickering, 1978)

$$M_s(°C) = 502 - 810 * C - 1230 * N - 13 * Mn - 12 * Cr - 54 * Cu - 46 * Mo \qquad [I-8]$$

Monkman (Monkman et al., 1957)

$$M_s(°C) = 1182 - 1456 * (C+N) - 37 * Cr - 57 * Ni \qquad [I-9]$$

Ces formules, obtenues empiriquement en extrapolant des résultats expérimentaux, peuvent présenter une grande disparité selon les alliages et les équations utilisées.

La formation de la martensite lors d'un refroidissement est possible et est contrôlée par les températures caractéristiques M_s et M_f. Cependant, dans le cas des aciers inoxydables austénitiques, les températures M_s et M_f sont très basses (généralement inférieures à la température ambiante), voire parfois théoriquement inaccessibles (dans certains cas, M_s est inférieure au zéro absolu, ce qui est physiquement impossible).
Dans le cadre d'une utilisation industrielle chez l'entreprise partenaire, il est donc impossible de former de la martensite par traitement thermique. Il est toutefois possible d'observer une transformation martensitique dans ces alliages lors de l'application d'une déformation.

2.1.2.2. Martensite induite par déformation

La transformation induite par déformation des aciers inoxydables, étudiée depuis près d'un siècle (Scheil, 1932), permet la formation de martensite au-dessus de M_s grâce à l'apport énergétique de la contrainte appliquée, qui s'ajoute à la variation d'énergie libre chimique **(Figure 1-8)**. Plus la contrainte est élevée, plus la transformation peut se produire à des températures supérieures à M_s. Cependant, au-delà d'une température limite M_d (température à partir de laquelle il est possible de formation de la martensite lors d'une déformation plastique), la déformation plastique de l'austénite domine et inhibe la formation de martensite, quelle que soit la contrainte.

La transformation n'est possible que si la différence d'énergie libre entre austénite et martensite dépasse la valeur critique ΔGMs γ→α' **(Figure 1-9)**. Entre Ms et Ms$^{\sigma}$, la force motrice diminue avec la température, nécessitant une contrainte croissante mais toujours inférieure à la limite d'élasticité pour déclencher la transformation. Sous Ms, la contrainte requise reste inférieure à la limite élastique. Entre $M_s{}^{\sigma}$ et M_d, elle dépasse cette limite, exigeant une déformation plastique pour générer des défauts microstructuraux (bandes de glissement, dislocations, macles) favorisant la germination de la martensite α'. Des études montrent que cette germination peut s'amorcer à l'intersection de bandes de martensite ε (Venables, 1962), au sein d'une bande ε (Yang et al., 2015), ou à l'intersection de bandes de déformation ou de macles (Lecroisey & Pineau, 1972; Sabooni et al., 2015). La **Figure I-10** illustre différentes possibilités.

La phase ε est une martensite intermédiaire à structure hexagonale compacte (HCP), formée transitoirement à partir de l'austénite (FCC) par cisaillement sur le plan {111}. Elle sert de site privilégié pour la germination de la martensite α'. **Elle sera étudiée dans le paragraphe suivant.**

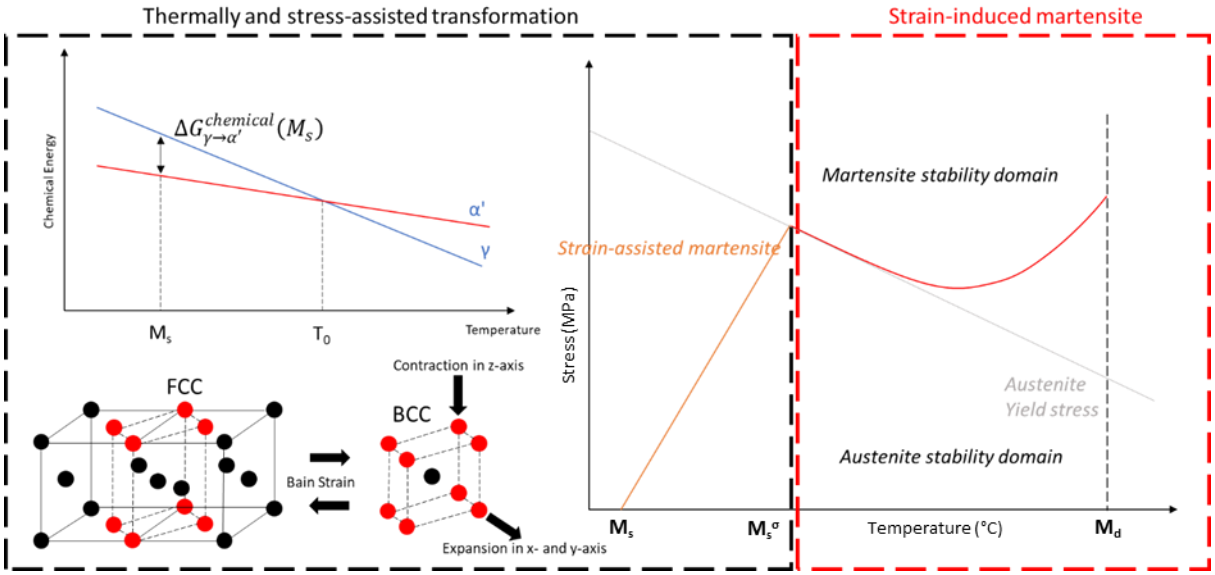

Figure I-9: Effet TRIP.

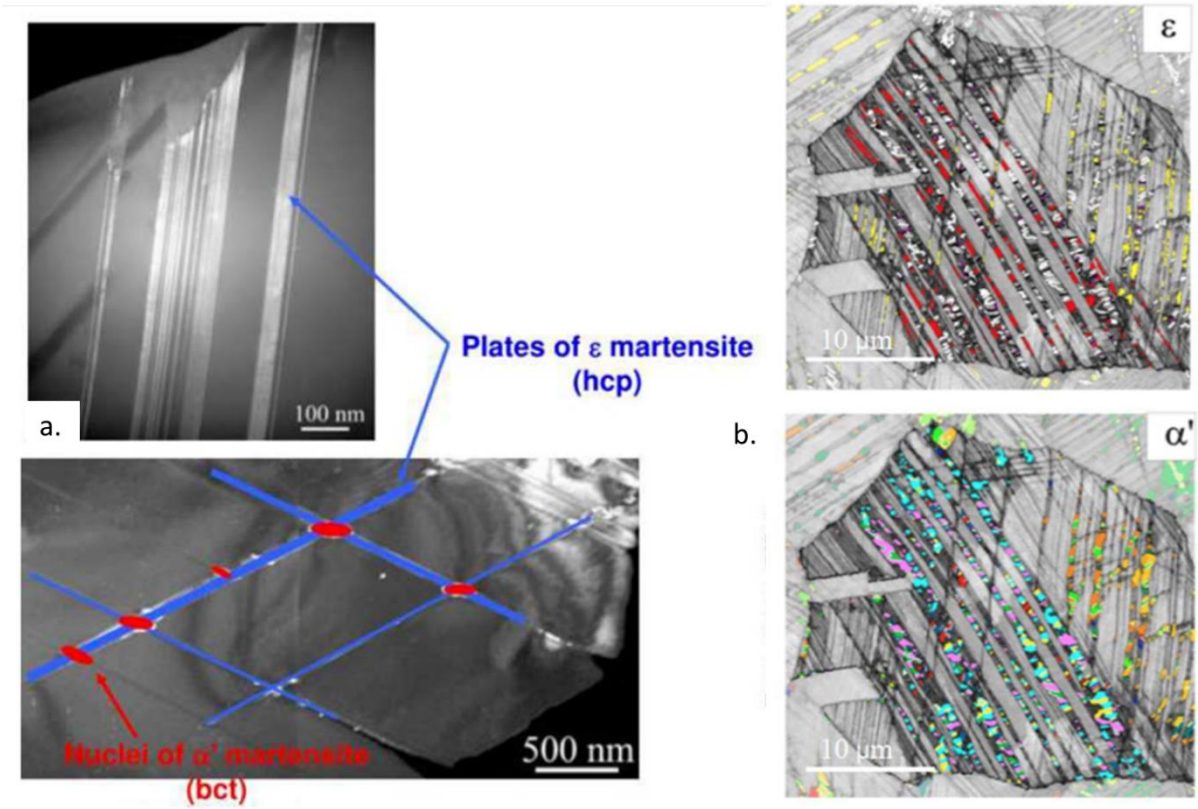

Figure I-10: Cartographie permettant de repérer les phases α' et ε sur un acier inoxydable austénitique a. nucléation de la phase α' aux intersections des bandes ε (Spencer, 2005) et b. nucléation de la phase α' dans les macles ε (Gey et al., 2005).

Plusieurs équations peuvent être utilisées pour calculer les températures Md30/50 en fonction de la composition chimique (Angel, 1954; Gladman et al., 1974; Nohara et al., 1976; Sjöberg, 1973). La plage de température du Md30/50 (température à partir de laquelle 50 % de martensite est formée pour 30 % de déformation) se situe entre 27 et 45 °C selon les formules données par ces équations.

Tableau I-2: Différentes formules pour calculer le Md30/50

Références	Formules		Md30/50
Angel, 1954	$\boldsymbol{Md30/50(°C) = 413 - 462(\%C + \%N) - 9.2(\%Si) - 8.1(\%Mn) - 13.7(\%Cr) - 9.5(\%Ni) - 18.5(\%Mo)}$	[I-10]	45 °C
Gladman, 1974	$\boldsymbol{Md30/50(°C) = 497 - 462(\%C + \%N) - 9.2(\%Si) - 8.1(\%Mn) - 13.7(\%Cr) - 20(\%Ni) - 18.5(\%Mo)}$	[I-11]	45 °C
Sjöberg, 1973	$\boldsymbol{Md30/50(°C) = 608 - 515(\%C) - 821(\%N) - 7.8(\%Si) - 12(\%Mn) - 13(\%Cr) - 34(\%Ni) - 6.5(\%Mo)}$	[I-12]	33 °C
Nohara, 1976	$\boldsymbol{Md30/50(°C) = 551 - 462(\%C + \%N) - 9.2(\%Si) - 8.1(\%Mn) - 13.7(\%Cr) - 29(\%Ni + \%Cu) - 18.5(\%Mo) - 68(\%Nb)}$	[I-13]	27 °C

2.1.2.3. Rôle de la martensite epsilon (ε) dans la transformation de phase

Dans les aciers inoxydables, il existe une autre phase martensitique. Celle-ci est nommée martensite ε et elle a une structure hexagonale. La martensite ε joue ainsi un rôle de phase de transition favorisant l'apparition de la martensite α'. Dans les cristaux à structure cubique à faces centrées (CFC), des défauts d'empilement intrinsèques apparaissent lorsqu'une dislocation parfaite de type a/2<110> se dissocie en deux dislocations partielles de Shockley a/6<211>. Cette dissociation modifie localement la séquence régulière d'empilement des plans {111}, typiquement ABCABC d'une structure CFC, qui devient par exemple ABCACAB. Lorsque deux défauts d'empilement intrinsèques se superposent sur des plans {111} successifs, la séquence d'empilement résultante peut présenter un plan supplémentaire, comme dans le cas d'une séquence ABCACBCAB, et est caractérisée par un excès d'énergie qualifié d'énergie de faute d'empilement. Ce type de défaut, caractérisé par un empilement excédentaire, est alors qualifié d'extrinsèque.

Lebedev et ses collègues (Lebedev & Kosarchuk, 2000) ont montré qu'à température ambiante et pour des taux de déformation très faibles, la transformation en martensite α' existe, que ce soit en traction, compression ou torsion pour l'acier A type 304. Concernant l'acier B type 316, la phase existe uniquement à des températures négatives. À des températures plus basses, c'est-à-dire inférieures à la température ambiante, les essais montrent la présence de la phase ε pour de faibles niveaux de déformation plastique (3–9%). Celle-ci atteint un maximum d'environ 6,5 % à environ 2,6 % de déformation plastique pour l'acier A testé à 173 K. Cependant, au-delà de 13 % de déformation plastique, aucune phase ε n'est plus visible **(Figure I-11)**. Cette proportion de phase ε peut varier en fonction de la composition chimique.

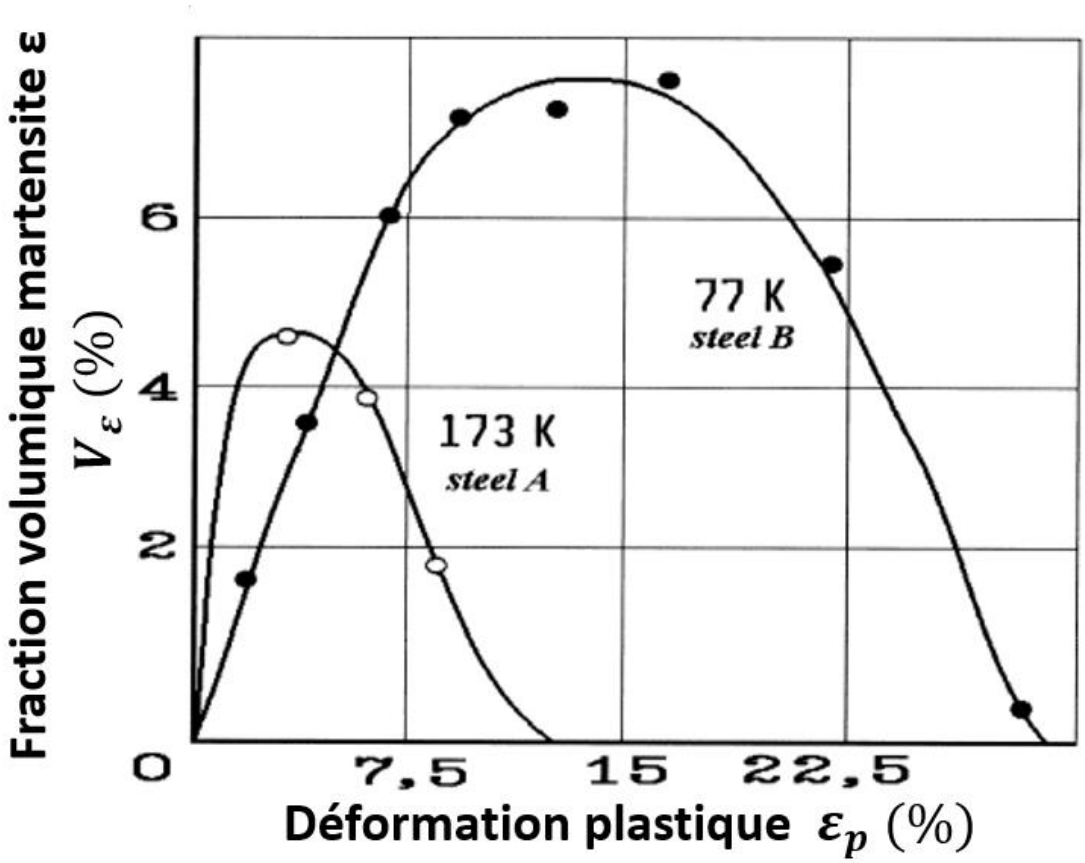

Figure I-11: Evolution de la phase martensitique epsilon dans deux matériaux et deux températures type 304 et 316 (Lebedev & Kosarchuk, 2000).

2.1.3. Rôle de l'énergie de Gibbs

Il est important de souligner que cette transformation martensitique est favorisée par une faible énergie de défaut d'empilement (SFE) (Mahajan & Chin, 1973; Olson & Cohen, 1972).

Parmi les facteurs influençant la transformation martensitique, l'énergie libre de Gibbs combinant les forces motrices chimiques et mécaniques, joue un rôle fondamental. Il est bien établi que les mécanismes de déformation ainsi que les propriétés mécaniques des métaux à structure cubique à faces centrées (CFC) dépendent fortement de leur énergie de défaut d'empilement (SFE).

En général :

- SFE < 18 mJ·m^{-2} : la transformation martensitique est favorisée ;
- 18 ≤ SFE ≤ 45 mJ·m^{-2} : le maclage est le mécanisme prédominant ;
- SFE > 45 mJ·m^{-2} : le glissement des dislocations domine.

Des formules empiriques permettent d'estimer la SFE (en mJ·m^{-2}) en fonction de la composition chimique des aciers austénitiques, comme l'équation suivante proposée par Schramm & Reed (Schramm & Reed, 1975):

$$\gamma = -53 + 6.2 * Ni(\%w) + 0.7 * Cr(\%w) + 3.2 * Mn(\%w) + 9.3 * Mo(\%w) \qquad [I-14]$$

2.2. Influence de la vitesse de déformation

La vitesse de déformation influence fortement la transformation martensitique. Pour l'acier inoxydable 201 **(Figure I-12)**, une vitesse accrue réduit la fraction volumique de martensite (Hamada et al., 2015; Marshall, 1984; Serri, 2007). En traction quasi-statique, une perte d'uniformité thermique dans l'éprouvette révèle une transformation non homogène (Talonen, 2007; Talonen et al., 2004).

Cet effet s'explique principalement par l'échauffement adiabatique, qui diminue l'énergie libre chimique de la transformation (Ferreira et al., 2004; Hamada et al., 2015). En quasi-statique, une vitesse accrue favorise cependant la formation de martensite ε (Ferreira et al., 2004). Selon Livitsanos et Thomson (Livitsanos & Thomson, 1977), la ductilité dépend moins de la quantité finale de martensite que du moment de sa formation. Une apparition précoce durcit rapidement le matériau et réduit la ductilité, tandis qu'une formation tardive permet un allongement plus important avant rupture.

À des vitesses très élevées (> 10² s^{-1}), la formation de martensite diminue (Vazquez-Fernandez et al., 2019), bien qu'une transformation reste possible sous conditions extrêmes (Staudhammer et al., 1981). Ces vitesses favorisent aussi l'apparition de bandes de cisaillement dans l'acier AISI 304 (Talonen et al., 2005).

2.3. Influence de la température

Lors d'un essai de traction uniaxiale, l'énergie nécessaire à la transformation martensitique provient principalement de l'énergie libre de Gibbs associée à la transformation γ → α', grandeur qui dépend directement de la température. Les variations de stabilité liées à la température ont une influence majeure sur le comportement mécanique (Angel, 1954). Plusieurs études **(Figure I-12)** ont montré que la transformation de phase débute plus tôt dans les aciers inoxydables austénitiques soumis à une sollicitation mécanique à basse température (Abedi & Serajzadeh, 2018; Eskandari et al., 2009; Hamada et al., 2013; Iwamoto et al., 1998; Lebedev & Kosarchuk, 2000).

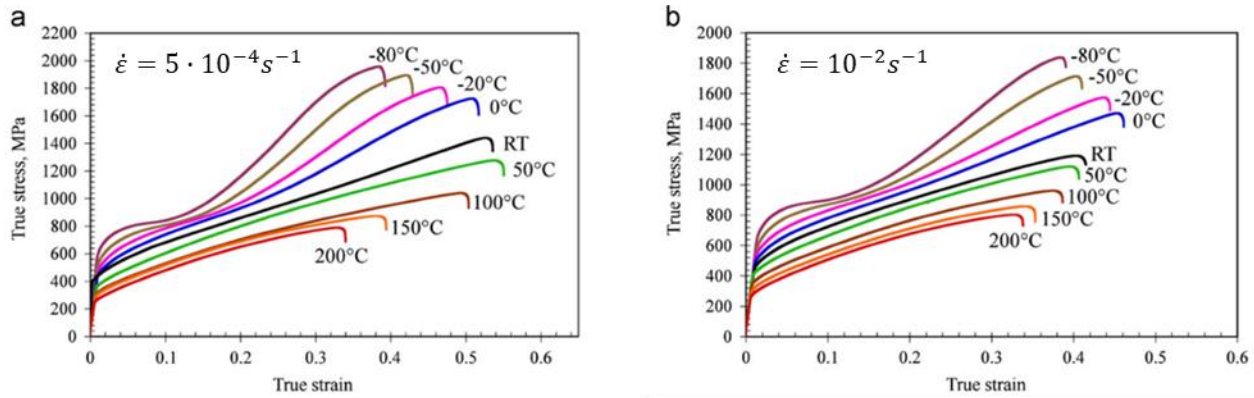

Figure I-12: Courbes contraintes vraies – déformation vraie du 201L à plusieurs températures et deux vitesses de déformation (Hamada et al., 2013).

2.4. Influence de la taille de grain

La taille de grain de l'austénite joue un rôle majeur dans le comportement de transformation martensitique induite par déformation dans les aciers inoxydables austénitiques.

L'impact de la taille de grain sur la transformation induite par déformation de la martensite a été largement étudié. Plusieurs chercheurs (Gonzalez et al., 2003a; Nohara et al., 1976) ont montré qu'une taille de grain plus grande favorise la transformation, augmentant la température MD30 et facilitant la formation de martensite dans les aciers 304 et 316 (Varma et al., 1994). Ce phénomène suit le modèle d'Eshelby, où les gros grains génèrent un champ de contraintes internes propice à la transformation (Eshelby, 1957).

Shrinivas et al. (Shrinivas et al., 1995) ont observé qu'en laminage à froid, une taille de grain plus fine favorise la transformation pour l'acier 304, tandis que l'austénite reste stable dans le 316. Des études récentes confirment cette tendance. Furukane et Torizuka ont montré qu'un raffinement des grains augmente la vitesse de transformation et la fraction volumique de martensite (Furukane & Torizuka, 2019), diminuant la stabilité mécanique de l'austénite.

Cependant, Matsuoka et al. (Matsuoka et al., 2013) et Mao et ses collègues (Mao et al., 2020) ont démontré que des grains inférieurs à 20 µm inhibent la transformation martensitique dans les aciers inoxydables, même sous traction.

Enfin, Sohrabi et al. (Sohrabi et al., 2020) et Sadeghpour et al. (Sadeghpour et al., 2014) ont souligné que la réduction de la taille de grain diminue la transformation plastique de l'austénite en martensite **(Figure I-13)**, notamment dans les aciers 304L et 201L. Cela s'explique par le déplacement des températures Ms et Md vers des valeurs plus basses (Maki et al., 1974), lié à la variation de l'énergie d'interface $\mathrm{E}^{\mathrm{int}}$ (J. Wang & Van Der Zwaag, 2001).

$$E^{int} = \frac{2V_m^{\alpha'}\gamma_{\alpha'/\gamma}}{i * d_0} \qquad [I-15]$$

Avec :
$V_m^{\alpha'}$ le volume molaire de la martensite,
$\gamma_{\alpha'/\gamma}$ l'énergie spécifique d'interface austénite/martensite et de martensite.
d_0 la taille de grain de la phase austénitique
i le rapport de forme des plaquettes de martensites ; $i = \frac{L_{plaquette}}{t_{plaquette}}$ où $L_{plaquette}$ correspond à la longueur moyenne d'une plaquette et $t_{plaquette}$ l'épaisseur moyenne d'une plaquette.

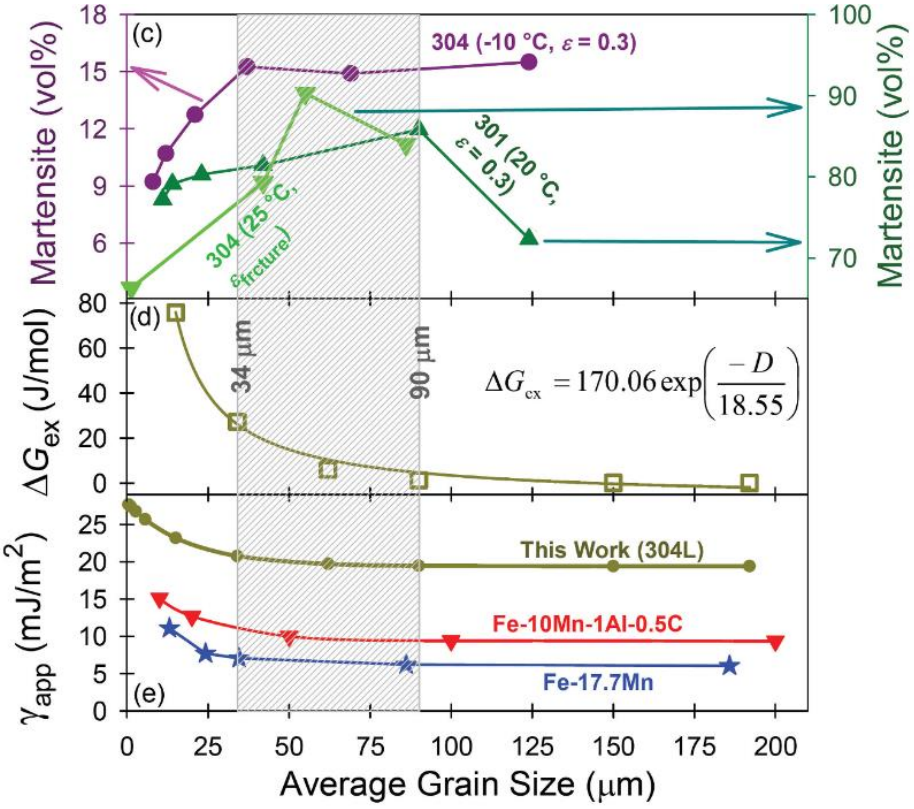

Figure I-13: influence directe de la réduction de la taille de grain lors du laminage (Sohrabi et al., 2020).

Dans le cadre de cette étude, la taille de grain des trois nuances d'acier étant de l'ordre de 40 µm, cela nous permettra d'étudier l'effet de la composition chimique sur la transformation de phase.

2.5. Influence de la composition chimique

La composition chimique a également une grande influence sur la transformation induite par déformation. L'ajout d'éléments d'alliage peut soit favoriser, soit inhiber cette transformation. Cela résulte de la modification de l'énergie de faute d'empilement et de la force motrice chimique $\Delta G^{chimique}(T)$. Cette dépendance est bien documentée dans la littérature, où de nombreuses études se sont penchées sur le rôle des différents éléments chimiques par le biais des températures Ms et Md30/50,

très couramment utilisées pour quantifier la stabilité de l'austénite vis-à-vis de la transformation martensitique. Bien que distinctes, ces deux températures sont des indicateurs essentiels, notamment dans les cas de déformation par laminage. En effet, plus ces températures sont élevées, moins l'austénite est stable. Une force motrice mécanique plus importante est donc nécessaire pour compenser la force motrice chimique et initier la transformation martensitique.

Par ailleurs, la SFE, qui traduit l'énergie nécessaire à la formation d'une faute d'empilement dans le réseau cristallin, est un bon indicateur de la stabilité de l'austénite. Elle influence directement la formation de bandes de cisaillement, de martensite ε et de macles, qui sont les sites préférentiels de nucléation de la martensite α'. Une valeur élevée de SFE tend à stabiliser l'austénite et à inhiber la transformation martensitique

Ces tendances sont confirmées expérimentalement par Sohrabi et ses collègues (Sohrabi et al., 2020), comme illustré dans la **Figure I-14** qui compare la cinétique de formation de la martensite α' pour différentes nuances d'aciers inoxydables austénitiques en fonction du taux de réduction en laminage à température ambiante.

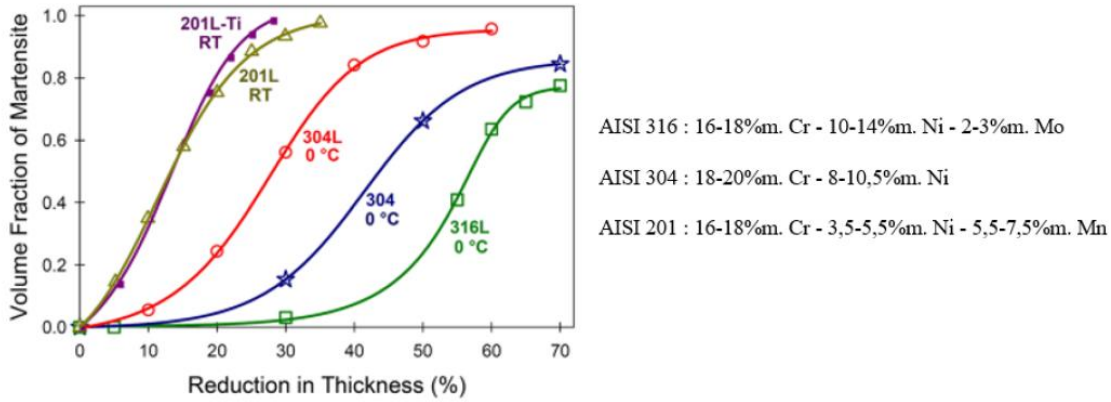

Figure I-14: Influence de la composition chimique (Sohrabi et al., 2020).

La nuance AISI 304 présente une transformation plus rapide que l'AISI 316, à cause d'une SFE plus faible.

L'AISI 304L (<0,03 % C) présente une transformation plus rapide que l'AISI 304 (<0,08 % C), confirmant que les éléments d'insertion (C, N) augmentent la SFE et stabilisent l'austénite.

L'AISI 201L forme plus rapidement de la martensite que l'AISI 304L, en raison d'un effet stabilisant du nickel supérieur à celui du manganèse (5.5 à 7.5%m de Manganèse pour le 201 contre 0 à 2%m pour le 304, voir **Figure I-13**).

L'addition d'éléments comme le titane ou le niobium semble accélérer la transformation martensitique, probablement en appauvrissant la matrice austénitique en carbone et azote par formation de précipités.

2.6. Influence de la déformation et de l'état de contrainte

Des recherches ont permis de montrer que l'état de contrainte joue également un rôle sur la transformation de la phase martensitique induite par déformation (Massé et al., 2012; Polatidis et al., 2021). Il a été rapporté que des valeurs élevées du facteur de triaxialité des contraintes accélèrent la transformation de phase (Jacques, 2001).

Lebedev et ses collègues (Lebedev & Kosarchuk, 2000) ont montré que la traction uniaxiale a tendance à former plus de martensite, suivie de la torsion puis de la compression pour un acier 304 à température ambiante. Furnémont et ses collègues (Furnémont et al., 2003) arrivent sur les mêmes conclusions avec un acier TRIP multi phasé. Beese et Mohr (Beese & Mohr, 2011) poussent l'étude plus loin sur un acier 301LN, ils montrent que les essais de traction biaxial forment plus de martensite et que la compression plane en forme le moins sur la **Figure 1-15**.

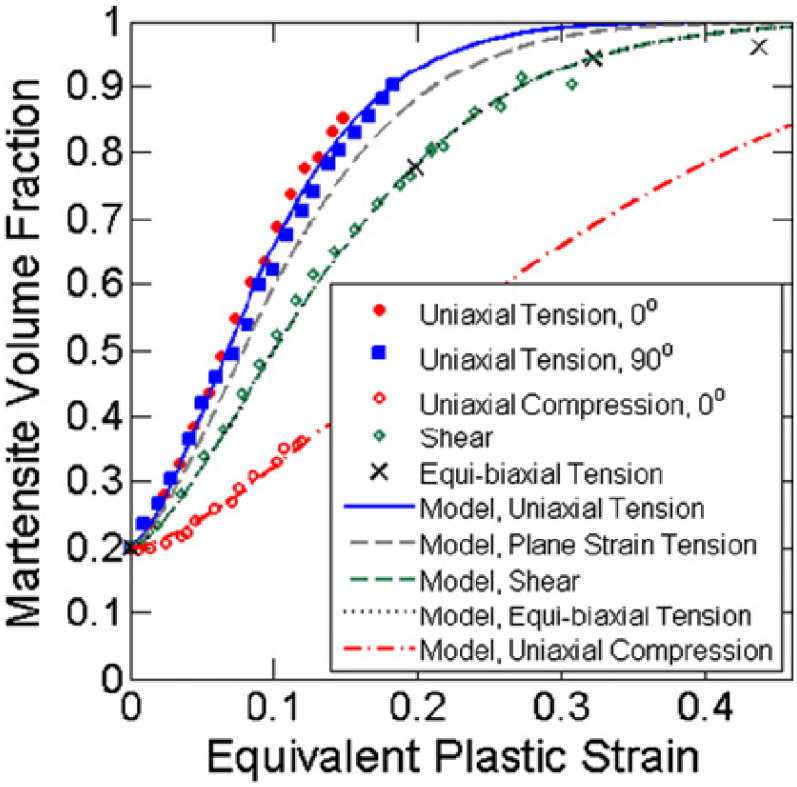

Figure I-15: Effet de l'état de contrainte sur la fraction volumique de martensite dans le 301LN (Beese & Mohr, 2011).

Cependant, l'effet du mode de déformation est encore très peu compris puisque de nombreux résultats contradictoires sont observés parmi les études. Généralement, des paramètres importants tels que la texture initiale du matériau ne sont pas pris en compte, ce qui probablement biaise les résultats. Par exemple, Miller et McDowell (Miller & McDowell, 1996) ont observé une fraction de martensite plus élevée en compression qu'en torsion. De même, les travaux d'Iwamoto et ses collègues (Iwamoto et al., 1998) indiquent que la transformation martensitique est plus prononcée sous de faibles déformations en compression uniaxiale qu'en traction uniaxiale **(Figure 1-16).**

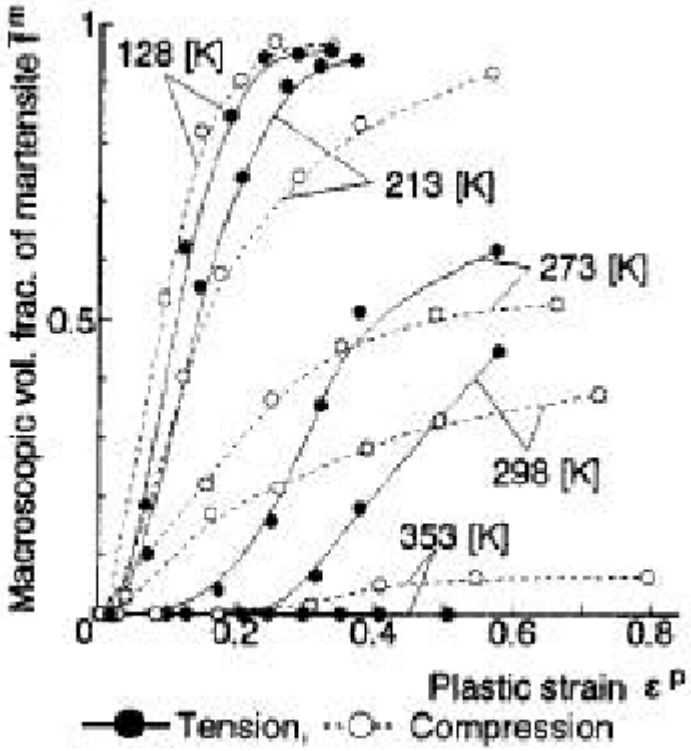

Figure I-16: Comparaison d'essais de traction et de compression réalisés à différentes températures (Iwamoto et al., 1998).

En résumé, la stabilité de l'austénite dans les aciers inoxydables austénitiques résulte d'un équilibre complexe entre plusieurs facteurs clés. La composition chimique influence directement les énergies libres de transformation et la nature des phases susceptibles d'apparaître. La taille des grains joue également un rôle déterminant, affectant les mécanismes de nucléation et la cinétique de transformation. Enfin, les conditions de sollicitation mécanique, telles que la nature du chargement, la vitesse de déformation ou encore le facteur de triaxialité des contraintes, modulent fortement la dynamique de formation de la martensite.

La compréhension fine et la maîtrise de ces paramètres sont donc essentielles pour optimiser les propriétés mécaniques et la durabilité des outils utilisés dans des applications industrielles exigeantes. Ces paramètres permettent notamment de contrôler le déclenchement et l'évolution de la transformation. Ce contrôle devient un levier crucial dans la conception de nouveaux profilés, adaptés aux exigences sévères des clients rencontrés dans des secteurs comme l'aéronautique, l'énergie ou l'automobile.

3. Traitements thermomécaniques des aciers inoxydables austénitiques

Les aciers inoxydables austénitiques peuvent subir différents traitements thermomécaniques afin d'ajuster leurs propriétés, leurs formes et leurs microstructures. Parmi ces procédés, le laminage à froid occupe un espace important. Dans l'entreprise partenaire, des fils de petit diamètre (de 8 à 0,5 mm) sont laminés et tréfilés. Selon les besoins de réduction de section, de forme et de qualité de surface, le laminage peut être effectué avec deux, trois ou quatre cylindres ou disques, permettant un contrôle précis de la déformation, de l'écrouissage et des dimensions finales.

3.1. Le laminage à froid

Selon Montmitonnet (Montmitonnet, 2016), le laminage, bien que recouvrant une grande diversité d'opérations, peut être défini de la manière suivante : il s'agit d'un procédé de mise en forme par déformation plastique, visant à réduire la section d'un produit de grande longueur, par son passage entre deux ou plusieurs outils axisymétriques en rotation autour de leur axe. La rotation des outils assure l'entraînement du produit par l'intermédiaire du frottement.

Le laminage constitue le procédé de mise en forme des métaux le plus largement utilisé, puisqu'on estime que plus de 95 % des métaux et alliages, qu'ils soient ferreux ou non ferreux, sont transformés par cette technique pour atteindre leur forme finale d'utilisation (Ray, 2016). Ce procédé permet d'obtenir une grande variété de produits à sections diverses, tels que des tôles, bandes, feuillards, tubes, barres, fils, rails ou poutres.

Durant le processus de laminage, une déformation permanente du matériau est obtenue en le laissant passer entre deux rouleaux cylindriques (plats ou rainurés), maintenus à une distance fixe l'un de l'autre tournant en sens inverse, qui lui appliquent une forte contrainte de compression. La rotation des outils entraîne le produit par l'intermédiaire du frottement. Le matériau entre dans l'espace entre les cylindres (nommé entre-fer) par une extrémité et ressort par l'autre extrémité avec une section transversale réduite. La déformation plastique peut être définie par la formule suivante, en faisant l'hypothèse de déformation plane :

$$\varepsilon_p = \sqrt{\frac{4}{3}} ln(1 - R) \qquad [I - 16]$$

Avec R correspondant au taux de réduction de la section.

Pour obtenir la forme finale, le matériau subit plusieurs passes avec un ajustement progressif de l'écartement des rouleaux, maintenu par la cage de laminoir. Dans la fabrication des aciers inoxydables, le laminage à chaud réduit l'épaisseur grâce à la ductilité thermique avec des tolérances grossières, tandis que le laminage à froid permet de respecter plus facilement les cotes et la tolérance et de maintenir un meilleur état de surface. Un recuit final réduit l'écrouissage et restaure l'austénite (Cunat, 2025; Sassoulas, 2016).

Bien que qualifié de « à froid », ce procédé génère une élévation locale de température jusqu'à 100 °C pour une réduction de 24 %, (Khan et al., 2004), due au frottement. Cette chaleur peut altérer la qualité de surface, mais des lubrifiants permettent de la contrôler (Antonicelli et al., 2023; Rizoulieres, 2000), bien qu'une chaleur résiduelle persiste à haute vitesse ou déformation.

3.2. Hypertrempe

Le traitement d'hypertrempe a pour but d'obtenir à température ambiante une phase austénitique homogène où tous les éléments, en particulier carbone et azote, se trouvent en solution solide. Ce traitement consiste en un maintien à une température entre 1000 et 1150 °C (**Figure I-17**) suivi d'un refroidissement rapide (Sassoulas, 2016).

Un recuit d'homogénéisation de ces aciers à température élevée permet de stabiliser une phase austénitique homogène et de mettre en solution les précipités et phases intermétalliques, qui auraient pu précipiter lors des opérations précédentes de laminage à chaud ou à froid, sous forme notamment de carbures ou carbonitrures de chrome (M_7C_3 ou $M_{23}C_6$) sensibilisant à la corrosion intergranulaire, et qui dépendent essentiellement de la composition (teneurs en chrome et molybdène).

Le maintien court à haute température permet aussi un adoucissement dans le cas où le traitement suit une opération de mise en forme à froid. Cependant, ce chauffage exige un couple temps-température minimal pour être suffisamment rapide et éviter une croissance des grains non souhaitable qui pourrait dégrader les propriétés mécaniques du matériau à température ambiante.

En pratique, il est préconisé des durées de chauffage de 0,7 (limiter le grossissement de grain) à 2,5 minutes (élimination complète des contraintes résiduelles) par millimètre d'épaisseur (Sassoulas, 2016).

Enfin, la vitesse de refroidissement jusqu'à température ambiante doit être assez rapide pour éviter les précipitations de carbures et de phases intermétalliques.

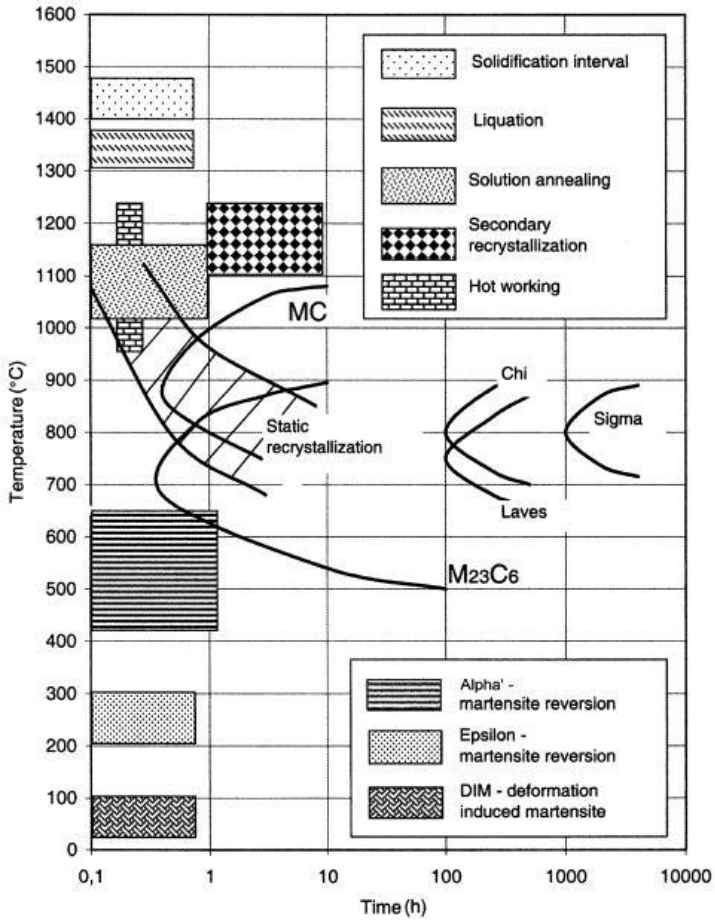

Figure I-17: Principaux traitements thermiques et transformations qui se produisent dans un acier inoxydable austénitique (Padilha et al., 2003).

3.3. Durcissement par précipitation de carbures et de composés intermétalliques

Une autre méthode pour améliorer les caractéristiques mécaniques à température ambiante consiste à mettre en œuvre un durcissement par précipitation de carbures ou de carbonitrures fins et bien répartis, dont la présence entrave le mouvement des dislocations. Une forte proportion d'éléments d'alliage est en sursaturation dans l'austénite à la suite de l'hypertrempe. Une précipitation peut alors se produire lors d'un revenu, parfois précédé ou non d'un léger écrouissage, ou encore lors d'une exposition prolongée à température modérée.

La température, la durée du traitement et la composition chimique de la nuance d'acier inoxydable austénitique influencent fortement la formation des phases précipitées. Le **Tableau I-3** présente deux exemples illustrant l'effet du durcissement structural sur une nuance d'acier inoxydable austénitique (0,052 % m. C, 17,25 % m. Cr, 12,90 % m. Ni, 2,3 % m. Mo, 0,051 % m. N, 0,73 % m. Nb). On peut noter que le traitement thermomécanique est le plus efficace pour accroître la résistance mécanique.

Tableau I-3: Effet du durcissement structural sur les propriétés mécaniques d'un acier inoxydable austénitique (0,052 % m. C, 17,25 % m. Cr, 12,90 % m. Ni, 2,3 % m. Mo, 0,051 % m. N, 0,73 % m. Nb (Cunat, 2025).

Traitement	$R_{p\,0.2}$ (MPa)	R_m (MPa)	A (MPa)
Hypertrempe 1150 °C	285	587	47
Hypertrempe 1150 °C + revenue 100h à 700 °C	353	655	51
Hypertrempe 1150 °C + écrouissage 6% à 600 °C + revenue 100h à 700 °C	434	644	33

Les carbures de type $M_{23}C_6$ sont les principaux carbures observés dans les aciers inoxydables non stabilisés. Ils sont fréquemment associés à un risque de corrosion intergranulaire. La formule $M_{23}C_6$ est générique et désigne le plus souvent le carbure $Cr_{23}C_6$, bien que le fer ou le molybdène puissent se substituer au chrome, et le bore ou l'azote au carbone.

Dans ces aciers, les carbures $M_{23}C_6$ sont les premiers à précipiter, quelle que soit la température. Leur cinétique de précipitation est principalement contrôlée par la vitesse de diffusion du chrome, qui est particulièrement élevée entre 600 et 900 °C. La précipitation débute généralement aux joints de grains, puis se propage aux parois de macles incohérentes, ensuite aux parois cohérentes, et enfin à l'intérieur des grains, parfois autour des inclusions. Si une ferrite résiduelle subsiste dans l'austénite après hypertrempe, la précipitation des carbures peut également s'initier aux interfaces α/γ.

L'ajout de cuivre dans les aciers inoxydables austénitiques contenant 3 à 5%m de Cu, favorise la formation de précipités nanométriques riches en cuivre dans la matrice austénitique (Bai et al., 2013). Leur grossissement, gouverné par la diffusion volumique du cuivre suit la loi de Lifshitz-Slyozov-Wagner (Ou et al., 2015). Ces précipités contribuent significativement au durcissement (jusqu'à 25% de la dureté maximale), tout en préservant la ductilité pour des teneurs inférieures à 3%m de Cu **(Figure I-18)**. Au-delà, la résistance mécanique peut légèrement diminuer (Sen et al., 2011).

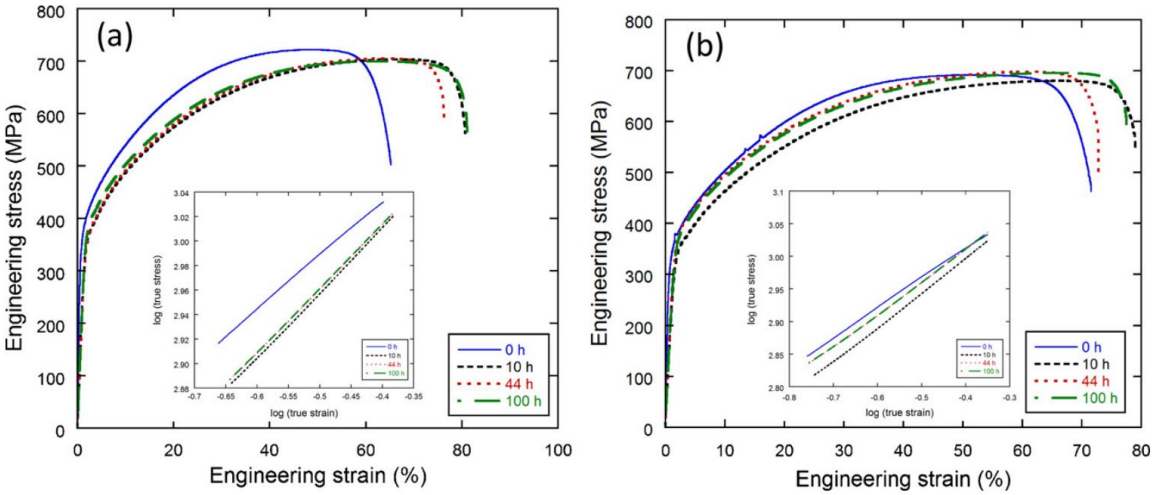

Figure I-18: Courbes ingénieurs contrainte déformation pour un 304 contenant a. 0%m de Cu et b. 3%m de Cu recuit à 700°C pour différents temps. Les inserts montrent les courbes contrainte vraie déformation vraie en log-log utilisées pour l'estimation du taux d'écrouissage (Sen et al., 2011).

3.4. Effet du laminage à froid sur les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques

Bien que le laminage à froid induit une anisotropie de la limite d'élasticité, ce procédé conduit à une augmentation significative de la résistance mécanique des aciers inoxydables austénitiques par deux mécanismes principaux de durcissement :

- L'écrouissage de l'austénite, favorisé par sa faible énergie de faute d'empilement (SFE), qui limite le glissement croisé et augmente la résistance.
- La formation de martensite α', phase durcissante qui supporte des contraintes plus élevées que l'austénite.

La **Figure I-19a** illustre cet effet pour l'acier 304 : la limite d'élasticité et la résistance à la traction augmentent avec le taux de réduction, tandis que l'allongement diminue, en partie à cause de l'augmentation de la fraction de martensite α'. Cette dernière réduit aussi la ductilité, comme le montre la **Figure I-19b**, où l'allongement est maximal à −10 °C (Sohrabi et al., 2020). À des températures inférieures à −50 °C, l'allongement diminue en raison de la formation précoce et massive de martensite α', qui limite la déformation plastique des zones austénitiques résiduelles

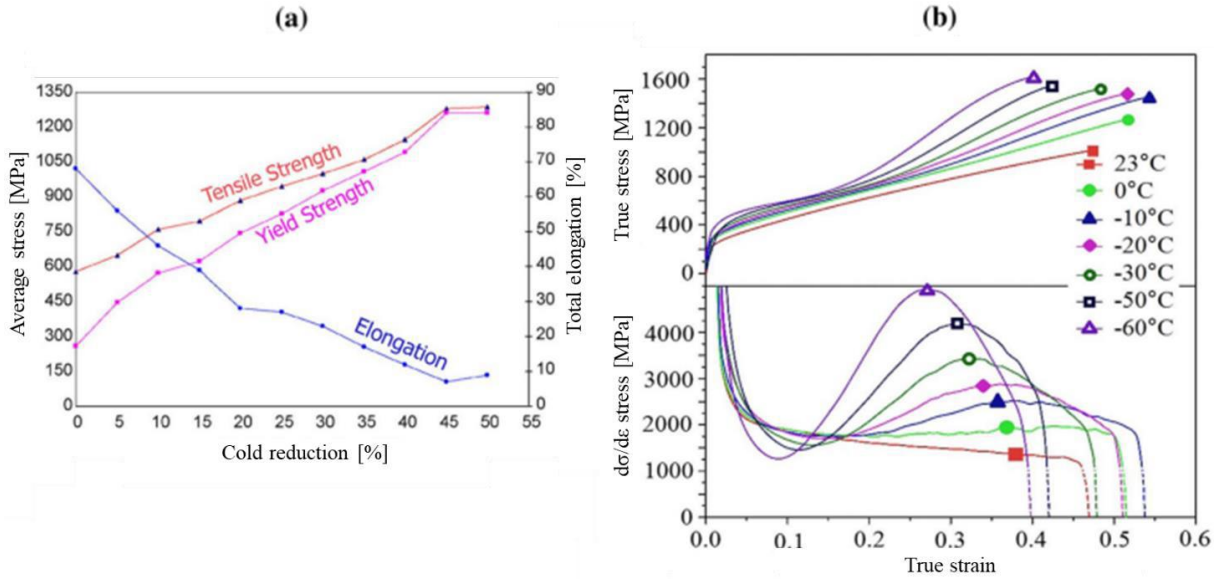

Figure I-19: (a) Effet du laminage à température ambiante sur les propriétés en traction de l'acier AISI 304 ; (b) Effet de la température de traction sur les courbes contrainte-déformation et les taux d'écrouissage de l'acier inoxydable AISI 304 (Sohrabi et al., 2020).

3.5. Effet du cuivre dans les aciers inoxydables

Il a été rapporté dans la littérature que certains éléments d'alliage ont une influence notable sur la stabilisation de l'austénite, notamment le nickel. Toutefois, en raison du coût de fabrication élevé de ce métal, de nombreux travaux ont été consacrés à l'exploration d'éléments de substitution moins onéreux, afin de garantir la compétitivité des aciers inoxydables austénitiques. L'azote et le carbone sont fréquemment utilisés en tant qu'éléments en solution interstitielle, car ils permettent non seulement d'induire un durcissement par solution solide, mais aussi de renforcer la stabilité de la phase austénitique (Kang et al., 2017; S.-J. Kim et al., 2003; Noh et al., 2019a, 2019b). Une étude menée par Kang et al. (2017) a montré que la contribution de l'azote à la stabilité de l'austénite était 33,6 fois plus importante que celle du nickel, et 2,7 fois plus importante que celle du carbone. Par ailleurs, (Ganesan et al., 2009) ont démontré que la résistance maximale à la traction augmentait de manière linéaire avec la teneur en azote, passant de 550 MPa pour 0,07 % en poids d'azote à 700 MPa pour 0,22 % **(Figure I-20)**, au prix d'une diminution d'environ 10 % de l'allongement total.

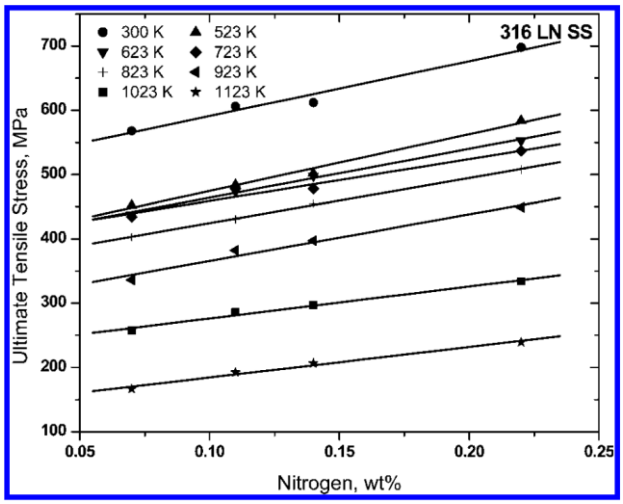

Figure I- 20: Effet de l'azote sur la contrainte maximale en traction (Ganesan et al., 2009)

Les études menées par Noh (Noh et al., 2019b) ont montré que le manganèse (Mn) contribue également à la stabilisation de la phase austénitique lors de la déformation, en augmentant la variation de l'énergie libre $\Delta G_{\gamma \rightarrow \alpha}$ associée à la transformation de phase. Cependant, son effet reste moins efficace que celui du nickel.

Le cuivre (Cu), difficile et coûteux à éliminer des aciers, est toléré à faible teneur dans les aciers recyclés pour réduire les coûts. Moins cher que le nickel, il stabilise l'austénite et améliore la formabilité à froid (Gonzalez et al., 2003a), ce qui en fait un allié utile pour le tréfilage ou le laminage. Bien que son effet soit connu depuis longtemps (Angel, 1954; Nohara et al., 1976), peu d'études ont exploré son rôle spécifique dans la stabilisation de l'austénite (Alaneme et al., 2010; Cho et al., 2022; Huang et al., 2023; Jiang & Zhao, 2023).

Cho et ses collègues ont montré que le cuivre augmente l'énergie de faute d'empilement (SFE), modifiant le mode de déformation qui passe d'une transformation de phase à un maclage mécanique, puis à un glissement par dislocations (Cho et al., 2022). Gilapa et ses collègues ont démontré qu'un ajout de 1,56 % de Cu dans un acier 304N réduit significativement la formation de martensite α' lors d'un essai de Nakajima (Gilapa et al., 2015). À 30 % de déformation (**Figure I-21**), la fraction de martensite α' est de 7 % (avec 1,56 % Cu) contre 20 % (avec 0,1 % Cu).

À faible déformation ($\sim 0{,}05$) le cuivre limite la nucléation de martensite α', tandis qu'à haute déformation ($\sim 0{,}3$), il réduit la densité des bandes de cisaillement, diminuant ainsi les sites de nucléation et la fraction de martensite α'.

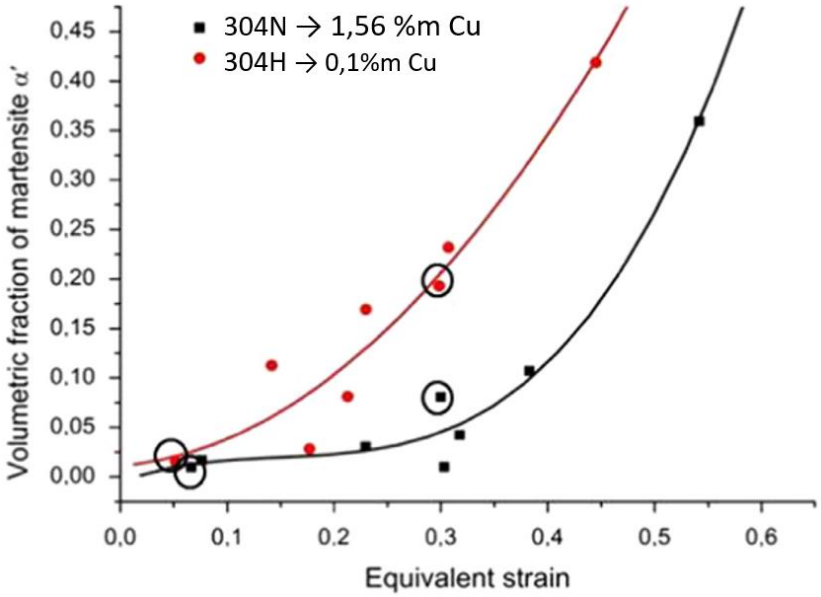

Figure I-21: Effet du cuivre sur la fraction de martensite α' (Gilapa et al., 2015)

Cho et al. ont montré qu'une teneur de 0,8 % de cuivre suffit à inhiber toute transformation de phase lors d'un essai de traction uniaxiale (Cho et al., 2022), comme le confirment les analyses par diffraction des rayons X (absence de martensite). En microscopie électronique, la sous-structure des dislocations évolue avec la teneur en cuivre : glissement enchevêtré à 0,8 % Cu et glissement plan à 4 % Cu (avec apparition de martensite), possiblement lié à un ordre à courte distance. L'azote (0,2 %), présent dans tous les alliages, stabilise aussi l'austénite et favorise le glissement plan, accélérant potentiellement la formation de martensite.

Les recherches sur le cuivre dans les aciers austénitiques se concentrent souvent sur son effet de précipitation, améliorant les propriétés mécaniques à haute température. Cependant, son influence dépend de la nuance d'acier : la **Figure I-22** montre qu'il réduit significativement la ductilité, sans effet marqué sur la limite d'élasticité ou la résistance à la traction. Après rupture, les microstructures révèlent une augmentation de la taille des cavités avec la teneur en cuivre, favorisant la concentration des contraintes et la rupture prématurée.

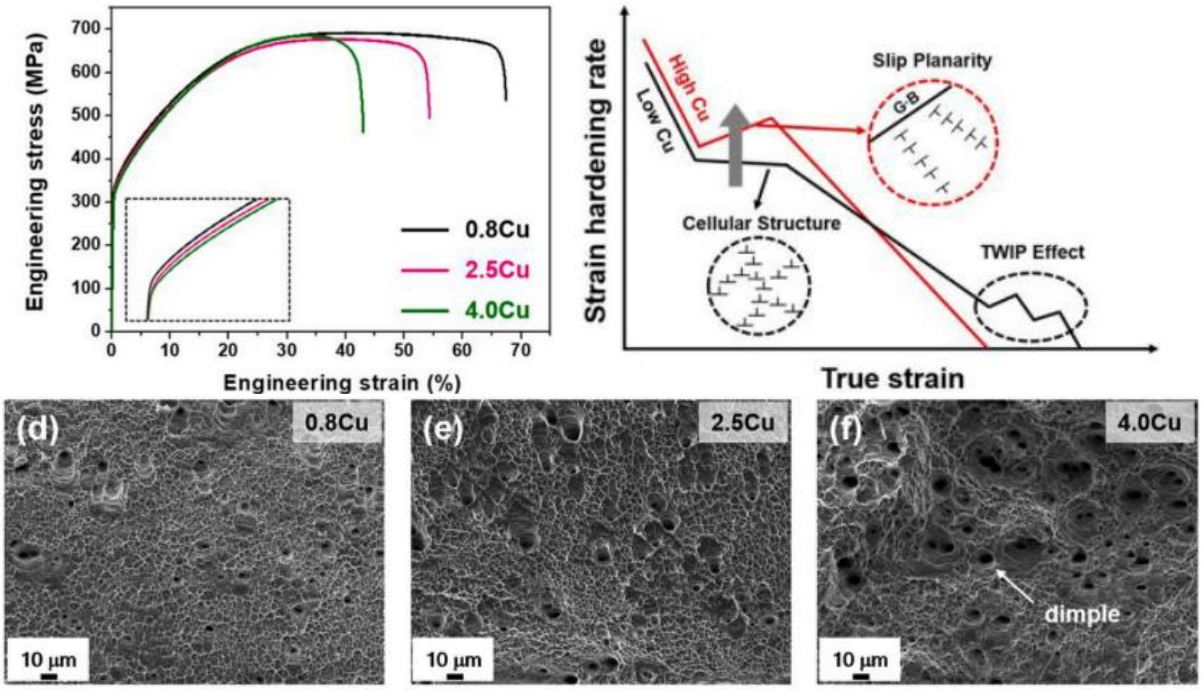

Figure I-22: Effet du cuivre sur les propriétés mécaniques et microstructurales (Cho et al., 2022).

La diminution de l'allongement peut être attribuée à plusieurs mécanismes microstructuraux. En particulier, l'augmentation de la teneur en cuivre favorise la formation de cavités de plus grande taille au cours de la déformation, comme le montrent les observations post-mortem. Ces cavités agissent comme des sites de concentration de contraintes, initiant plus facilement la rupture. Par ailleurs, l'ajout de cuivre modifie la sous-structure de dislocations, en favorisant une organisation parallèle et plane du glissement. Cette parallélisation des dislocations réduit leur interaction mutuelle, ce qui diminue la capacité d'écrouissage uniforme du matériau. En conséquence, la localisation de la déformation devient plus marquée, limitant l'allongement global à rupture. Ainsi, bien que le cuivre puisse stabiliser l'austénite et améliorer certaines propriétés mécaniques, son effet sur la ductilité reste un facteur limitant dans les nuances fortement chargées.

4. Aspects généraux de la transformation martensitique dans les aciers

La cinétique de la transformation martensitique induite par déformation dans les aciers inoxydables austénitiques a été largement étudiée. Pour modéliser l'évolution de la fraction volumique de martensite α', un modèle phénoménologique inspiré des travaux d'Olson et Cohen (Olson & Cohen, 1972), généralisé par Stringfellow (Stringfellow et al., 1992) puis modifié par Iwamoto (Iwamoto, 2002; Iwamoto et al., 1998), a été utilisé. Ce modèle permet de prédire la fraction de martensite en fonction de la déformation plastique, des conditions de sollicitation et de la composition chimique.

4.1. Généralité -Modèle de Olson et Cohen

4.1.1. Mécanisme de transformation de la phase austénitique en martensite selon Olson et Cohen

Des relations empiriques décrivant l'évolution de la fraction de martensite ont été établies par plusieurs chercheurs (Angel, 1954; Nohara et al., 1976). Grâce à ces travaux, il a été mis en évidence, à l'aide de courbes de transformation, que la transformation martensitique suit une évolution sigmoïdale, atteignant une fraction maximale de phase transformée inférieure à 100 % (**Figure I-23**). Il a également été démontré que cette fraction dépend fortement de la composition chimique, laquelle influe sur la stabilité de l'austénite.

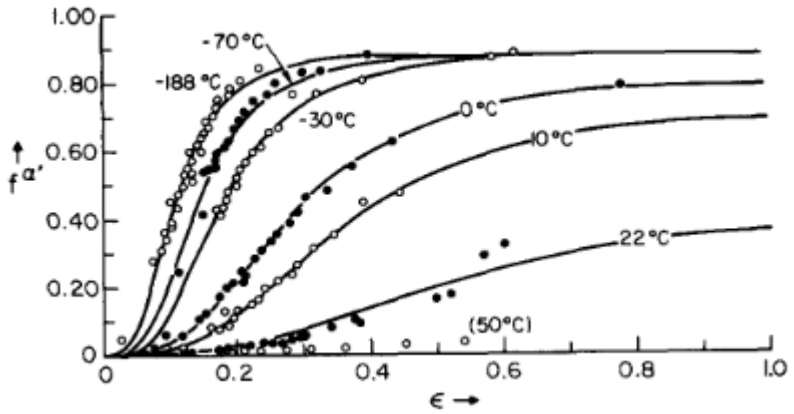

Figure I-23: Comparaison entre données expérimentales d'Angel sur le 304 représenté par les points et les courbes modélisées par Olson et Cohen dépendant de α et β *(Angel, 1954)*.

Cette thèse utilise le modèle d'Olson et Cohen, qui explique la nucléation de la martensite α' par l'intersection de bandes de cisaillement ε. Selon le modèle de Bogers-Burgers, la transformation CFC → CC nécessite deux cisaillements successifs : T/3 et T/2, correspondant à des déplacements atomiques spécifiques sur les plans {111}.

L'intersection d'une bande T/3 et d'une bande ε permet aux dislocations de s'aligner sur le plan {10-11} hcp, générant un cisaillement T/2 qui transforme la structure ε en une configuration CC **(Figure I-24)**. Cependant, cette transformation nécessite une force motrice chimique suffisante, qui diminue avec la température.

Lorsqu'une plaque ε rencontre une macle CFC, l'interaction est moins efficace que l'intersection entre deux plaques ε. Les dislocations partielles ne peuvent pas traverser directement la macle, rendant la nucléation de la martensite CC plus difficile et nécessitant une force motrice accrue. Cela explique

pourquoi les observations expérimentales montrent une fréquence plus faible de nucléation CC à ces interfaces.

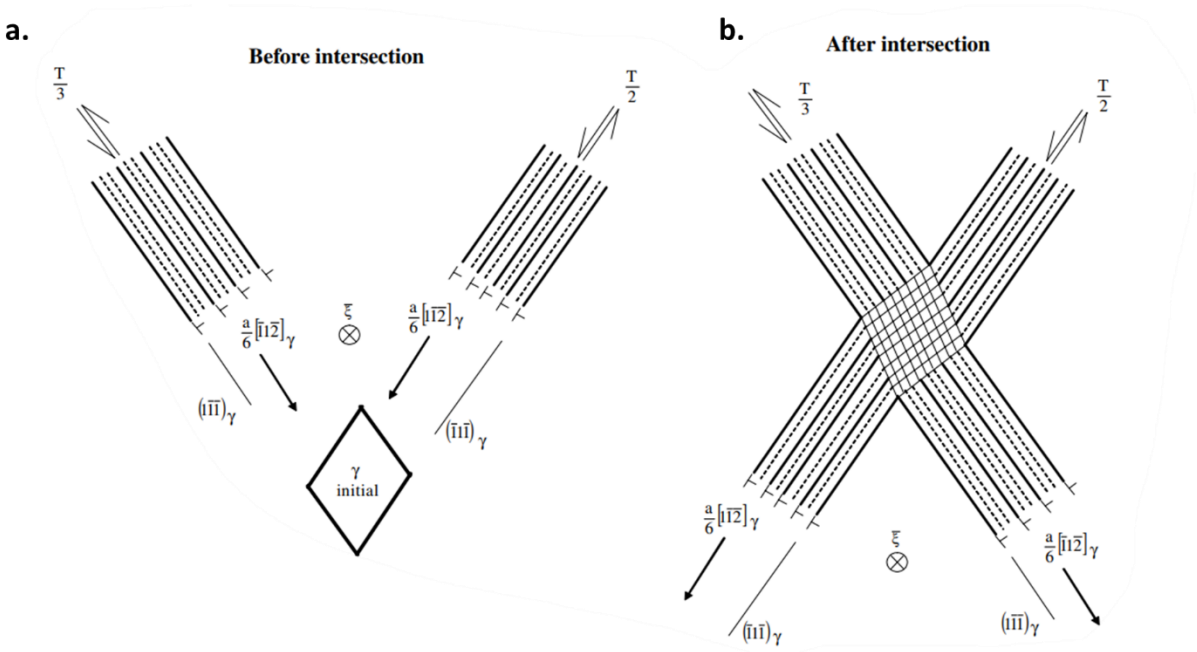

Figure I-24: Le modèle géométrique d'Olson et Cohen (Olson & Cohen, 1972 pour la nucléation de martensite α' induite par déformation : situation avant (a) et après (b) l'intersection de bandes de glissement localisées (Bracke et al., 2007).

4.1.2. Modèle de Olson et Cohen

La cinétique de nucléation de la martensite est modélisée par une augmentation du nombre d'intersections en fonction de la déformation plastique de l'austénite non transformée. La formation des bandes de cisaillement est supposée se faire à un taux constant par unité de déformation plastique, ce taux décroissant à mesure que le volume d'austénite baisse. La fraction volumique de bandes de cisaillement dans l'austénite, notée f_{sb}, liée à une déformation plastique ε_p est donnée par la relation suivante après intégration :

$$f_{sb} = 1 - exp(-\alpha\varepsilon_p) \qquad [I-17]$$

Avec α une constante indépendante de la déformation plastique, représentant le taux de formation de bande cisaillement. Ce paramètre dépend de l'énergie des fautes d'empilement et de la vitesse de déformation. Il augmente avec l'augmentation de la vitesse de déformation et avec la diminution de l'énergie des fautes d'empilement.

Si le volume moyen d'une bande de cisaillement, noté v_{sb}est constant, alors le nombre de bandes de cisaillement par unité de volume d'austénite, N_{sb}, s'exprime par le rapport entre la fraction volumique de bandes f_{sb} et ce volume moyen :

$$N_{sb} = \frac{f_{sb}}{v_{sb}} \qquad [I-18]$$

Dans ces conditions, N_{sb} croît linéairement avec la déformation plastique ε_p à faibles niveaux de déformation, avant de se stabiliser à une valeur de saturation pour des déformations élevées. Ce nombre N_{sb} englobe l'ensemble des types de bandes de cisaillement, incluant la martensite ε, les macles.

Le nombre d'intersections de ces bandes nommé N_i, lié au nombre de bandes par la formule suivante :

$$N_i = K(N_{sb})^n \qquad [I-19]$$

Avec n une constante égale à 2 et $k = \frac{\pi^2 d\alpha}{16}$ où d représente le diamètre moyen des bandes de cisaillement orientées aléatoirement. Dans le cas où les bandes ne sont pas orientées aléatoirement dès le départ n peut être supérieur à 2.

L'augmentation du nombre d'embryons de martensite α' par unité de volume d'austénite $dN_{v\alpha'}$, liée à l'augmentation du nombre d'intersections est donnée par la formule :

$$dN_{v_{\alpha'}} = pdN_i \qquad [I-20]$$

Avec, p : La probabilité qu'une intersection génère un embryon de martensite en supposant que la probabilité suit une loi gaussienne. Si l'on considère que le changement d'entropie de transformation $\Delta S_{\gamma\to\alpha'}$est constant dans la plage de température considérée, la force motrice chimique est alors linéairement liée à la température.

Les embryons martensitiques α' croissent principalement dans les volumes localisés aux intersections de bandes de cisaillement, sous forme de lattes, rendant négligeables les effets de partition observés dans les martensites lenticulaires. En supposant un volume moyen constant $v_{\alpha'}$ par unité de martensite, l'évolution de la fraction volumique de martensite $f_{\alpha'}$ peut être exprimée en fonction de la déformation plastique ε_p par l'équation :

$$f^{\alpha'} = 1 - exp\left\{-\beta\left[1 - exp\left(-\alpha\varepsilon_p\right)\right]^N\right\} \qquad [I-21]$$

Où les paramètres α et β, dépendants de la température, traduisent respectivement la cinétique de formation des bandes de cisaillement et la probabilité d'activation d'un site d'intersection.

4.2. Les améliorations du Modèle d'Olson et Cohen

La modélisation de la transformation martensitique dans les aciers inoxydables 304 doit intégrer plusieurs facteurs : température, vitesse de déformation et mode de sollicitation (traction, torsion, compression). Des études expérimentales (Boudedja et al., 2022; Iwamoto, 2002; Kawaragi et al., 2018) ont quantifié l'influence de ces paramètres sur la fraction volumique de martensite.

Iwamoto et ses collègues (Iwamoto et al., 1998) ont montré que, à 273 K et 298 K, l'acier 304 subit de grandes déformations plastiques avant rupture, tandis qu'entre 128 K et 213 K, le taux d'écrouissage chute rapidement après la limite d'élasticité. À température identique, traction et compression présentent la même résistance élastique, mais l'anisotropie influence leur comportement (**Figure I-25**). En début de déformation, la contrainte d'écoulement est plus élevée en compression qu'en traction à basse température, tandis qu'à haute température (353 K), la traction domine. La Figure 2-3b révèle aussi que, pour de faibles déformations, la fraction de martensite est plus élevée en compression qu'en traction.

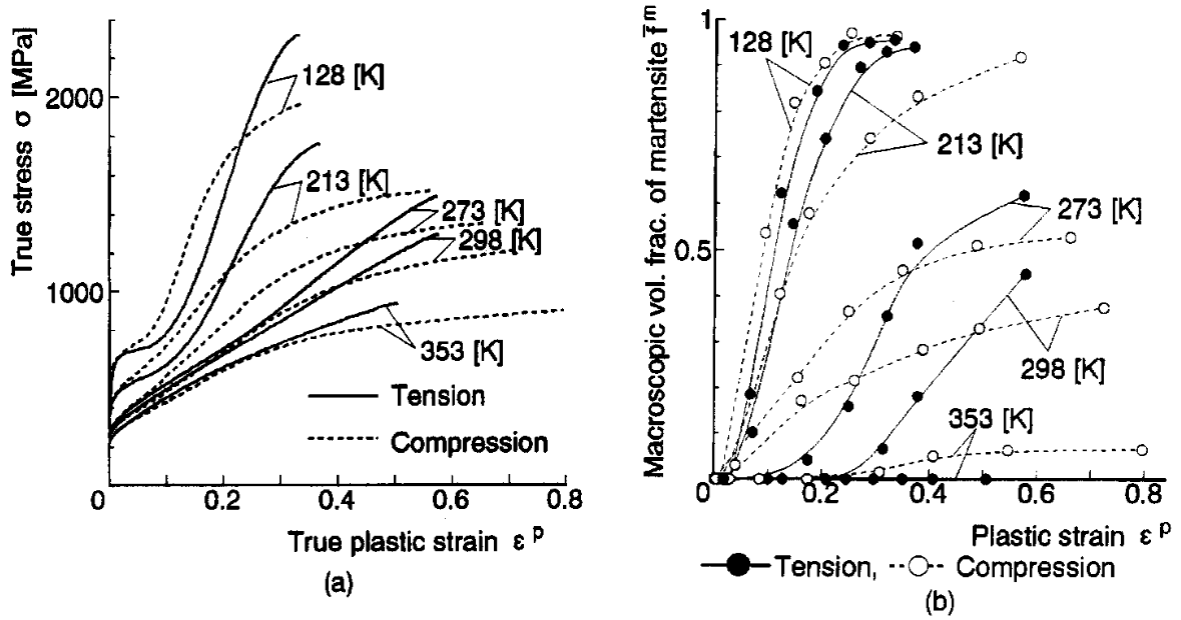

Figure I-25: Comparaison sur du 304 des essais de traction et compression montrant en (a) les courbes contrainte vraie déformation plastique vraie et (b) la formation de martensite en fonction de la température et du mode de sollicitation (Iwamoto et al., 1998).

Le modèle d'Olson et Cohen a servi de base à de nombreux travaux ultérieurs, notamment ceux de Stringfellow et ses collaborateurs (Stringfellow et al., 1992), qui ont développé un modèle décrivant la plasticité de transformation accompagnant la transformation martensitique induite par la déformation dans les alliages non thermoélastiques. Une généralisation par Stringfellow et al. a été reprise et améliorée par Tomita et Iwamoto (Tomita & Iwamoto, 1995). Cette nouvelle version prend en compte la température et la vitesse de déformation équivalente dans l'austénite.

Iwamoto (Iwamoto et al., 1998) a ensuite introduit l'influence de l'état de contrainte sur la cinétique de formation des bandes de glissement. L'équation de β présenté à l'équation $[I-21]$ est donnée par :

$$\beta = \frac{\bar{v}^{\alpha'} K_{OC}}{(\bar{v}^{sb})^n} \qquad [I-22]$$

L'équation du coefficient α de l'équation $[I-21]$ a été améliorée et généralisée afin de prendre en compte la température et l'état de contrainte suivant l'équation :

$$\alpha(T) = (\alpha_1 T^2 + \alpha_2 T + \alpha_3 - \alpha_4 \Sigma)\left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}_a^{pslip}}{\dot{\varepsilon}_y}\right)^M \qquad [I-23]$$

où α_4 est un nouveau paramètre estimé sous compression et traction coïncidant avec les résultats de la Figure 2-3 à une température donnée. $\Sigma = \sum \frac{\sigma_i}{3\,\bar{\sigma}}$ la triaxialité avec σ_i les contraintes principales, Σ valant 1/3 dans le cas de la traction pure et -1/3 en compression pure. La déformation plastique par glissement des dislocations $\dot{\bar{\varepsilon}}_a^{pslip}$, est définie plus loin.

Dans l'objectif de développer un modèle décrivant au mieux la cinétique de la transformation martensitique, Iwamoto et al. (Iwamoto et al., 1998) ont proposé une approche basée sur la décomposition de la vitesse de déformation plastique totale $\dot{\varepsilon}_{ij}^{p}$. Celle-ci est scindée en deux composantes principales : la déformation plastique par glissement $\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{pslip}$, liée aux mécanismes de glissement dans l'austénite et la martensite, et la déformation associée à la transformation martensitique $\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{ptrans}$. Cette dernière est elle-même divisée en deux contributions : une composante déviatorique $\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{pshape}$, traduisant les modifications de forme induites par la transformation, et par dilatation volumique $\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{p\,dilat}$, exprimant l'augmentation de volume. Ainsi, on obtient la relation suivante :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{p} = \dot{\varepsilon}_{ij}^{pslip} + \dot{\varepsilon}_{ij}^{ptrans} = \dot{\varepsilon}_{ij}^{pslip} + \dot{\varepsilon}_{ij}^{pshape} + \dot{\varepsilon}_{ij}^{pdilat} \qquad [I-24]$$

Iwamoto et al. (Iwamoto et al., 1998) ont proposé une fonction des invariants du tenseur des contraintes déviatoriques pour modéliser le comportement dissymétrique en traction et en compression d'un acier biphasé sans transformation de phase. Cette fonction de charge est définie comme suit

$$F(\sigma_{ij}) = \sqrt{3\left(J_2 - kJ_3/\sqrt{J_2}\right)} - \bar{\sigma} \qquad [I-25]$$

avec $J_2 = \frac{1}{2} S_{ij} S_{ij}$ et $J_3 = det(S)$, où S est le tenseur des contraintes déviatoriques. Le paramètre k, introduit pour tenir compte de la dissymétrie traction-compression, évolue avec la déformation plastique par glissement selon :

$$\dot{k} = C_k(1-k)\dot{\varepsilon}^{pslip} \qquad [I-26]$$

où C_k est une constante et $\dot{\varepsilon}^{pslip} = \frac{\sigma_{ij}\dot{\bar{\varepsilon}}_{ij}^{pslip}}{\bar{\sigma}}$, avec $\bar{\sigma}$ la contrainte équivalente.
Les composantes de la déformation plastique par glissement sont déterminées à partir de la loi de normalité :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{pslip} = \gamma_{mp} \frac{\partial F}{\partial \sigma_{ij}} \qquad [I-27]$$

avec γ_{mp} le multiplicateur plastique

La contribution due à la transformation martensitique associée au changement de forme est donnée par :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{pshape} = R\dot{f}^{\alpha'} \frac{\partial F}{\partial \sigma_{ij}} \qquad [I-28]$$

avec $R = R_0 + R_1(\bar{\sigma}/\sigma_{e\gamma})$, avec $\sigma_{e\gamma}$ la limite élastique de l'austénite, R_0 et R_1 des constantes du matériau.

La composante de dilatation volumique liée à la transformation martensitique est exprimée par :

$$\dot{\varepsilon}_{ij}^{pdilat} = \frac{1}{3}\Delta v\, \dot{f}^{\alpha'} \delta_{ij} \qquad [I-29]$$

avec, Δv l'augmentation du volume associée à la transformation martensitique.

Pour réduire la complexité introduite par Iwamoto et al. (Iwamoto et al., 1998), Sierra et Nemes (Sierra & Nemes, 2008) ont simplifié la formule du taux de formation de martensite avec l'équation suivante :

$$\dot{\bar{f}}^{\alpha'} = A_{SN}\left(1 - \dot{f}^{\alpha'}\right)\dot{\bar{\varepsilon}}_{\gamma}^{pslip} \qquad [I-30]$$

où :

$$\begin{aligned} A_{SN} &= \alpha_g \beta_g n\,(f_{sb})^{n-1}\,(1 - f_{sb}) \\ \alpha_g &= (\alpha_1 T^2 + \alpha_2 T + \alpha_3)\left(\frac{\dot{\bar{\varepsilon}}_{\gamma}^{pslip}}{\dot{\bar{\varepsilon}}_{\gamma}}\right)^M \\ \beta_g &= \frac{1}{\sqrt{2\pi}}\int_{-\infty}^{\eta_g} exp\left(-\frac{\left(\eta_g{}' - \overline{\eta_g}\right)^2}{2{\sigma_g}^2}\right) d\eta_g{}' \\ \eta_g &= \eta_{g_0} + \eta_{g_1} T + \eta_{g_2} \Sigma \end{aligned} \qquad [I-31]$$

Le taux d'incrément de la fraction de martensite, noté $\dot{\dot{\bar{f}}}^{\alpha'}$, est déterminé par le taux de déformation par glissement $\dot{\bar{\varepsilon}}_{\gamma}^{pslip}$ dans la phase austénitique.

Ce dernier est influencé par plusieurs paramètres, notamment α_g, qui décrit le taux de formation des bandes de glissement en fonction de l'énergie de fautes d'empilement, ainsi que β_g, qui correspond à la probabilité que ces bandes de glissement s'entrecroisent pour former un embryon martensitique. La constante géométrique n, dont la valeur est fixée à 4,5, intervient également dans le processus, tout comme f_{sb}, qui représente la fraction des bandes de cisaillement. D'autres facteurs entrent en jeu, tels que l'exposant M qui traduit la sensibilité au taux de déformation, σ_g qui correspond à l'écart type de la distribution, η_g qui représente la force motrice de la transformation et $\overline{\eta_g}$ la moyenne de η_g, propres au

matériau étudié. L'ensemble de ces paramètres conditionne la cinétique de transformation martensitique au sein de l'austénite.

Pour simplifier la condition de plasticité, une loi contrainte-déformation $\dot{\sigma}_{am}(\bar{\varepsilon}^{p\ slip})$ pour le matériau biphasé a été utilisé intégrant la fraction volumique instantanée de martensite $f^{\alpha'}$, approximée à l'aide d'une loi de mélange :

$$\bar{\sigma}_{am}\left(\bar{\varepsilon}^{pslip}\right) = f^{\alpha'}\bar{\sigma}_{\alpha'}\left(\bar{\varepsilon}^{pslip}\right) + \left(1 - f^{\alpha'}\right)\bar{\sigma}_{\gamma}\left(\bar{\varepsilon}^{pslip}\right) \qquad [I-32]$$

avec les indices α' et γ représentants respectivement la phase austénitique et martensitique. La loi d'écrouissage de l'acier TRIP est également déterminée à l'aide d'une loi de mélange (Serri, 2007) :

$$H = f^{\alpha'}H^{\alpha'} + \left(1 - f^{\alpha'}\right)H^{\gamma} + \frac{df^{\alpha'}}{d\varepsilon_p}\left(\overline{\sigma}_{\alpha'} - \overline{\sigma}_{\gamma}\right) \qquad [I-33]$$

où H_{γ} et $H_{\alpha'}$ sont les coefficients d'écrouissage de l'austénite et de la martensite, respectivement, définis par :

$$H_{\gamma} = \partial\bar{\sigma}_{\gamma}/\bar{\varepsilon}^{p\ slip}\ et\ H_{\alpha'} = \partial\bar{\sigma}_{\alpha'}/\bar{\varepsilon}^{p\ slip} \qquad [I-34]$$

Les grandeurs $\bar{\sigma}_{am}\left(\bar{\varepsilon}^{pslip}\right)$ (contrainte du matériau biphasé) et H (coefficient d'écrouissage effectif) sont nécessaires pour déterminer le taux de déformation plastique équivalente induite par glissement $\bar{\varepsilon}^{pslip}$.

Il existe d'autres formulations dérivées du modèle d'Iwamoto et al. (Iwamoto et al., 1998) comme celles de Kawaragi et Fukumoto (Kawaragi et al., 2018) montrant des relations constitutives thermoélastiques prenant en compte la plasticité de transformation et l'écrouissage cinématique.

Dans la simulation d'un traitement thermique, la déformation attribuée à la transformation de phase doit être prise en compte au même titre que la déformation élastique, plastique et thermique. L'incrément total de déformation $\Delta\varepsilon$ compris dans l'incrément de temps Δt lors de la transformation de phase en petite déformation est considéré et exprimée par :

$$\Delta\boldsymbol{\varepsilon} = \Delta\boldsymbol{\varepsilon}_e + \Delta\boldsymbol{\varepsilon_p} + \Delta\varepsilon_v\boldsymbol{I} + \Delta\boldsymbol{\varepsilon_{TP}} \qquad [I-35]$$

avec, $\Delta\boldsymbol{\varepsilon}_e$ l'incrément du tenseur de déformation élastique, $\Delta\boldsymbol{\varepsilon_p}$ l'incrément du tenseur de déformation plastique, $\Delta\boldsymbol{\varepsilon}_v$ l'incrément de déformation thermique et $\Delta\boldsymbol{\varepsilon_{TP}}$ l'incrément de déformation du tenseur de transformation plastique de transformation de phase. $\Delta\varepsilon_v$ est un incrément de déformation attribué à la variation de volume isotrope causé par les changements de température et de microstructure métallique. $\boldsymbol{I}$ **un tenseur unitaire.** Il peut être calculé à partir de la température *T* et de la fraction volumique de la phase I, ici la phase austénitique.

$$\Delta\varepsilon_v = \frac{1}{3}\left(\frac{\sum_I^n f_{\gamma}\,\rho_{\gamma}T^n}{\sum_I^{n+1} f_{\gamma}\,\rho_{\gamma}T^{n+1}} - 1\right) \qquad [I-36]$$

Avec n et $n+1$ désignant les valeurs respectives l'instant donné de $T^n\ et\ T^{n+1}$ et ρ_{γ} la densité de la phase 1 ici la phase austénitique.

$\Delta\varepsilon_{TP}$ dépend de la fraction volumique de la phase formée $f^{\alpha'}$ et est proportionnelle à la contrainte (Denis et al., 1987).

$$\Delta\boldsymbol{\varepsilon_{TP}} = 3K\left(1 - f^{\alpha'}\right)\Delta f^{\alpha'}\boldsymbol{S} \qquad [I-37]$$

avec $\boldsymbol{S}$, le tenseur déviatorique et K le coefficient de transformation de plasticité. Cette équation peut s'écrire autrement dans le cas d'une transformation de phase multiple :

$$d\boldsymbol{\varepsilon_{TP}} = \sum_i 3K_i\left(1 - \sum_i f_i\right)df_i\boldsymbol{S} \qquad [I-38]$$

avec K_i, le coefficient de transformation de plasticité de la phase i.

Dans le cas de la martensite, dont la transformation s'effectue sans diffusion, le changement de fraction de phase dépend uniquement de la température, indépendamment du temps.

Pour estimer la fraction de phase martensitique, Kawaragi et al. ont proposé une formule de régression basée sur des données expérimentales, (Kawaragi et al., 2018).

$$f_M = 1 - exp\{-0.011(M_s - T)\} \qquad [I-39]$$

5. Conclusion du chapitre I

Ce chapitre a permis d'explorer en détail les mécanismes et facteurs influençant le comportement mécanique des aciers inoxydables austénitiques notamment la transformation martensitique induite par déformation dans les aciers inoxydables austénitiques. Il a été établi que cette transformation dépend de manière complexe de plusieurs paramètres, notamment la composition chimique, la température, la taille de grain, la contrainte appliquée, la texture cristallographique et la vitesse de déformation. La température Md30/50 constitue un seuil important, bien que dans de nombreux cas industriels, elle soit trop basse pour qu'une transformation thermique soit possible. Dès lors, c'est par l'application de sollicitations mécaniques que la transformation peut être activée.

Parmi les facteurs déterminants, la taille de grain joue un rôle ambivalent : certains travaux montrent qu'un grain fin augmente la stabilité de l'austénite, retardant la transformation, tandis que d'autres études suggèrent qu'une taille de grain plus élevée peut faciliter la transformation martensitique. De même, la vitesse de déformation affecte le taux de transformation en raison des effets thermiques associés, un échauffement adiabatique pouvant inhiber la transformation, sauf à très haute vitesse où des mécanismes extrêmes, comme la formation de bandes de cisaillement, prennent le relais.

Le mode de sollicitation est également un paramètre clé : traction, compression, torsion ou traction biaxiale génèrent des triaxialités différentes influençant la cinétique de transformation. Toutefois, les résultats restent parfois contradictoires, soulignant l'importance de facteurs souvent négligés tels que la texture initiale.

Par ailleurs, l'influence de la composition chimique sur la stabilité de l'austénite et la propension à la transformation martensitique peut être évaluée à l'aide du diagramme de Schaeffler modifié par Kotecki et Siewert (Kotecki & Siewert, 1992; Schaeffler, 1949), qui relie les équivalents chromes et nickels aux fractions de phases présentes dans les aciers inoxydables.

Un paramètre complémentaire permettant de caractériser la stabilité mécanique de l'austénite est la température Md, et en particulier Md30/50, qui correspond à la température à laquelle 50 % de martensite est formée après 30% de déformation. Contrairement à Ms, Md30/50 prend en compte les effets mécaniques et structurels. Il a été montré que cette température augmente avec la taille de grain (Nohara et al., 1976), ce qui renforce l'idée que la microstructure joue un rôle central dans la transformation induite. Md30/50 permet ainsi d'anticiper le comportement du matériau dans des conditions de sollicitation réelles, en complément des seules considérations thermiques.

L'effet du cuivre, agissant sur la stabilité de l'austénite et sur les modes de déformation, est important et essentiel à prendre en compte pour le 302HQ. Même en faible quantité, son ajout favorise le maclage au détriment du mécanisme de transformation de phase. Au niveau microstructural, cet élément a également un effet non négligeable.

Le développement d'un modèle numérique est essentiel afin de reproduire le comportement des aciers inoxydables austénitiques (304L, 316L et 302HQ), en intégrant le mode de sollicitation mécanique, l'effet thermique lié à la vitesse de déformation ainsi que la transformation de phase. Comme discuté précédemment, la formation de martensite est fortement conditionnée par l'état de contrainte et la température : des sollicitations intenses ou des températures basses favorisent la transformation. Afin de représenter quantitativement cette dépendance, le modèle s'appuie sur la relation phénoménologique d'Olson et Cohen**,** modifiée, qui relie directement la fraction de martensite formée aux paramètres de déformation et de température. Les contraintes d'écoulement sont définies séparément pour l'austénite et la martensite, puis combinées à l'aide d'une loi de mélange classique.

Enfin, cette revue a mis en évidence les limites de la littérature actuelle, notamment sur la prise en compte simultanée de tous ces paramètres dans un contexte industriel. Cela souligne la nécessité de mieux comprendre l'interaction entre microstructure et chargement mécanique, notamment pour répondre aux exigences croissantes des clients en matière de performance et de fiabilité des matériaux dans des environnements critiques.

Chapitre II :

Matériaux et Méthodes

L'objectif de ce chapitre est de décrire les nuances des aciers inoxydables étudiées. Il est divisé en deux parties.

La première est consacrée aux dispositifs expérimentaux et aux méthodes de caractérisation utilisées dans cette thèse. Il présente les protocoles de laminages, des essais de traction et de compression ainsi que les techniques d'analyse microstructurale (MEB, EBSD, DRX).

La deuxième partie expose les approches numériques avec les lois de comportement, les variables utilisateurs et leurs protocoles d'implémentation sur Python, Abaqus et ColdForm. Ce chapitre constitue la base méthodologique reliant l'expérimentation et la simulation.

1. Matériaux et préparation métallographiques

1.1. Matériaux

Trois nuances d'aciers inoxydables austénitiques ont été étudiées au cours de cette thèse : le 304L, le 316L et le 302HQ, dont les compositions chimiques sont présentées dans le **Tableau II-1**. Il a été montré dans le **Chapitre** précédent que ces trois nuances les plus couramment utilisées chez l'entreprise partenaire occupent des domaines de stabilité de phase différents dans le diagramme de Schaeffler.

L'acier inoxydable 304L est une variante à faible teneur en carbone de l'acier inoxydable 304 standard (également connu sous le nom d'acier inoxydable 18-8). La lettre « L » indique une teneur en carbone plus faible (généralement inférieure à 0,03 %), ce qui améliore sa résistance à la corrosion intergranulaire, en particulier après soudage ou dans des applications à haute température. Le 304L contient environ 18 % de chrome et 8 à 10,5 % de nickel, ce qui lui confère une bonne résistance à la corrosion dans de nombreux environnements, tels que les appareils électroménagers, les équipements de transformation alimentaire et les composants structurels exposés aux conditions atmosphériques.

La nuance 316L, utilisée dans cette étude, correspond à une version à faible teneur en carbone du 316 classique, ce qui limite la précipitation de carbures de chrome. La teneur en nickel plus élevée que le 304L (entre 10 et 13 %) ainsi que l'ajout de 2 à 3 % en masse de molybdène confèrent au matériau une plus grande stabilité de la phase austénitique, ce qui ralentit la cinétique de transformation de la phase austénitique en martensite lors d'une déformation plastique (Chapitre I). Par ailleurs, la présence de molybdène améliore la résistance à la piqûration et rend cette nuance plus adaptée à des environnements agressifs, notamment salins.

Le 302HQ se différencie quant à lui du 304L par une teneur en cuivre plus importante (entre 3 et 4 %), ce qui lui confère de meilleures aptitudes à la mise en forme. L'appellation "HQ" signifie d'ailleurs "Head Quality", soulignant sa capacité à être utilisée pour des opérations de formage à froid, notamment dans la fabrication de fixations telles que les vis, agrafes à béton ou même encore des ressorts. Des études récentes ont également mis en évidence le rôle stabilisant du cuivre sur la phase austénitique, ce dernier étant, comme le nickel, un élément gamma-gène retardant la transformation martensitique (Huang et al., 2023).

Tableau II-1: : Composition chimique des nuances utilisées en wt%.

Nuances	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Ni	Mo	Cu	Nb
304L	0.017	0.42	1.31	0.061	0.022	0.081	18.17	8.1	0	0	0
316L	0.019	0.41	1.84	0.025	0.001	0.076	16.75	10.13	2.02	0.35	0.015
302HQ	0.014	0.4	0.75	0.026	0.0007	0.2	17.14	8.14	0.37	3.3	0

1.2. Préparation métallographique

Les échantillons ont été prélevés sur une bobine de chaque nuance (302HQ, 304L et 316L) de fil d'environ 500 kg, produite par l'aciériste Cogne Acciai Speciali et fournie par l'entreprise partenaire. Ces fils ont servi à préparer des éprouvettes pour les différents essais mécaniques et observations métallographiques réalisés. Les caractéristiques mécaniques et métallographiques initiales des bobines sont présentées **en Annexe A-1.**

Le prélèvement a été effectué dans les premières spires de chaque bobine, en évitant les bords et en se plaçant à une distance minimale de 2 mètres du début de la bobine. Une étude comparative de la microstructure et du comportement mécanique entre le début, le milieu et la fin de la bobine (voir **Annexe A-2**) n'a révélé aucune variation significative.

Les spires sélectionnées ont ensuite été passées dans un redresseur de fil afin d'obtenir des longueurs bien droites (voir **Annexe A-2**), puis découpées à la cisaille tous les 30 cm. Cette étape visait à standardiser la forme des éprouvettes pour les essais, et à reproduire les conditions initiales appliquées par l'entreprise partenaire avant le laminage.

2. Équipement et méthodes

2.1. Laminage

Le laminage a été réalisé à l'aide d'un laminoir de laboratoire, dont les caractéristiques techniques sont présentées à la **Figure II-1**. Deux vitesses de rotation ont été testées : 1500 tr/min et 500 tr/min, afin d'étudier l'influence de la vitesse de déformation sur l'évolution microstructurale. Cela correspond respectivement à une vitesse angulaire d'environ 2 rad/s et 0,55 rad/s.

Deux conditions de température ont également été considérées : la température ambiante (environ 20 °C) et une température d'environ 100 °C. Pour cette dernière, les échantillons étaient préchauffés pendant 30 minutes dans une enceinte thermique réglée à 150 °C, puis replacés entre chaque passe pendant 20 minutes pour limiter le refroidissement. La température des fils était systématiquement vérifiée à l'aide d'une caméra thermique. L'enceinte thermique a été placée à proximité de l'entrée du laminoir afin de limiter les pertes thermiques pendant le transfert. La température de 150 °C a été calculée en prenant en compte l'échange thermique avec l'extérieur et un temps de transport de 10 secondes, ce qui permettait d'atteindre une température proche de 100 °C à l'entrée dans l'entrefer.
L'utilisation d'une caméra thermique a permis de valider ce protocole et de s'assurer du respect des conditions de température visées.

Avant laminage, les extrémités des fils ont été biseautées sur environ 5 mm afin de faciliter leur introduction dans l'entrefer. Le laminage a été réalisé jusqu'à une réduction d'épaisseur de 80 %, par passes à plat successives de 5 %. Chaque condition expérimentale a été répétée trois fois pour garantir la reproductibilité des résultats.

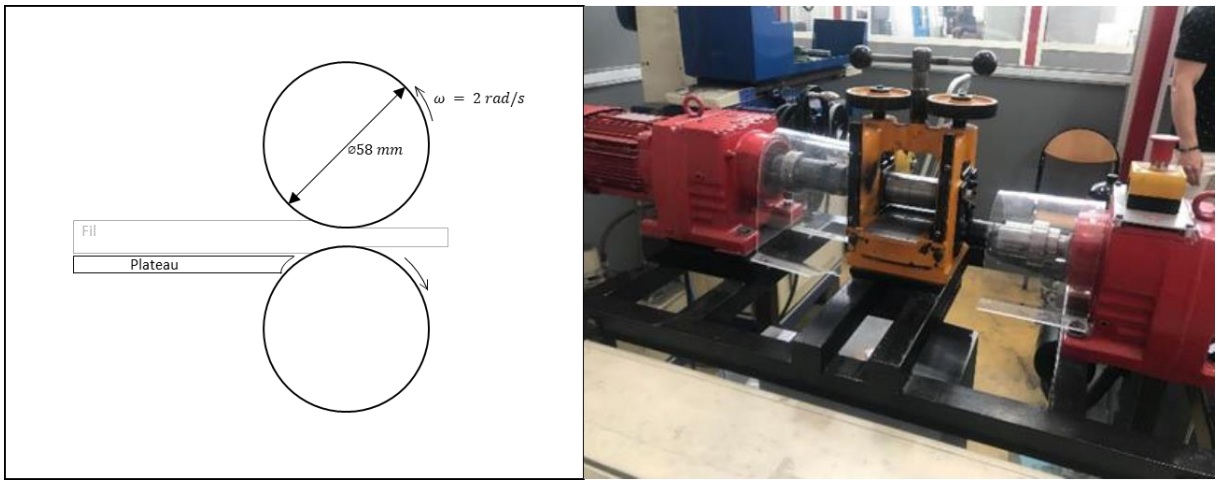

Figure II-1: Schéma et photographie du laminoir de laboratoire utilisé dans cette étude.

2.2. Essais mécaniques

2.2.1. Essais de traction

Des essais de traction ont été réalisés sur des fils ronds bruts ainsi que sur des fils laminés à plat, appelés plat-chant-rond. Les dimensions de ces fils sont présentées dans la **Figure II-2**.

Les essais ont été effectués à l'aide d'une machine INSTRON 68FM-R équipée d'une cellule de charge de 50 kN. La longueur totale L_t des éprouvettes était de 150 mm, avec une longueur utile L_u de 50 mm. L'épaisseur des échantillons variait de 5,5 à 0,5 mm en fonction du taux de réduction.

Les essais de traction ont été conduits conformément à la norme ISO 6892-1. Un extensomètre à contact, avec une longueur de mesure supérieure à 50 mm, a été utilisé pour mesurer les déformations. Plusieurs essais ont été réalisés, certains jusqu'à la rupture, d'autres interrompus afin de collecter les caractéristiques mécaniques et microstructurales nécessaires à l'étude. Toutes les conditions expérimentales ont été répétées trois fois. Aucune variation significative des caractéristiques mécaniques n'a été observée entre les répétitions confirmant l'homogénéité de la structure le long des fils.

Dans le but de comparer le comportement mécanique des trois nuances et de caractériser la formation de martensite induite par la déformation, différentes vitesses de déformation et températures ont été étudiées. Les vitesses de déformation ont été variées de 10^{-1} s^{-1} à 10^{-5} s^{-1}, tandis que l'effet de la température sur les courbes contrainte-déformation a été étudié entre 20 °C et 200 °C. Comme pour les essais de laminage, une enceinte thermique a été utilisée pour garantir les températures souhaitées, les échantillons y étant placés au moins 20 minutes avant le début des essais**.**

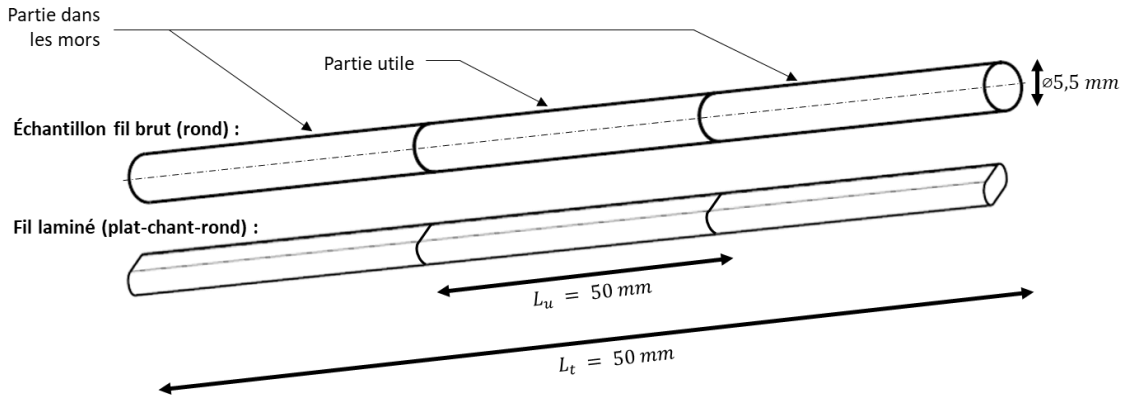

Figure II-2: Echantillon essais de traction.

2.2.2. Essais de compression

Afin de caractériser le comportement des fils en compression sur des fils ronds issus des trois nuances étudiées, des gammes de vitesses de déformation et de températures similaires à celles utilisées lors des essais de traction ont été appliquées.

Les échantillons ont été découpés à partir de fils redressés de 5,5 mm de diamètre, par électroérosion, dans une société spécialisée. Ils ont ensuite été rectifiés afin d'obtenir des surfaces parallèles et rectilignes garantissant une bonne planéité des deux faces. La hauteur finale obtenue est de 8,2 mm, ce qui représente moins de 1,5 fois le diamètre (hauteur maximale recommandée pour garantir un état de contrainte homogène). Aucun lubrifiant n'a été utilisé lors de ces essais **(Figure II-3)**.

Il n'existe pas de norme spécifique encadrant les essais de compression pour les matériaux métalliques, mais certaines recommandations et documents de bonnes pratiques permettent d'en assurer la validité. Pour cela un dispositif spécifique (**Annexe A-3**) a donc été conçu pour permettre la réalisation des essais de compression sur la machine de traction INSTRON 68FM, en utilisant le même extensomètre à contact que pour les essais de traction.

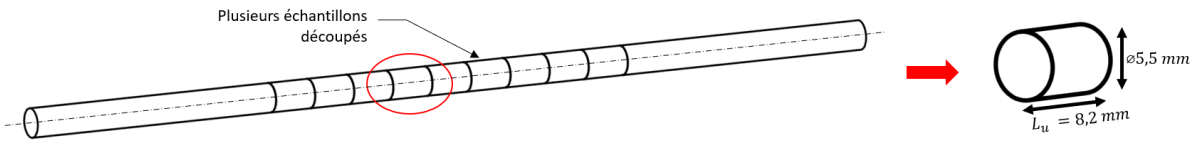

Figure II-3: Schéma des échantillons utilisés lors des essais de compression.

2.3. Caractérisation microstructurale

Les échantillons ont été caractérisés microstructuralement à l'aide d'un microscope électronique à balayage (MEB). Pour ce type d'observation, il est nécessaire de disposer d'une surface parfaitement polie exempte de rayures sans introduire de déformations mécaniques lors de la préparation métallographique, afin d'obtenir une image de qualité et d'éviter toute interprétation erronée de la microstructure.

2.3.1. Préparation métallographique

Les échantillons ont été polis mécaniquement jusqu'à un grain de finition de 0,025 µm. La gamme complète de polissage utilisée est présentée dans le **Tableau II-2.**

Après découpe **(Figure II-4)**, les échantillons étaient enrobés à chaud dans une résine PolyFast, puis polis mécaniquement. Un effort maximal de 10 N était appliqué durant tout le processus de polissage afin de limiter autant que possible la formation de martensite induite par déformation mécanique.
Une attaque chimique de type Villela a ensuite été réalisée pour révéler la microstructure, suivie d'un léger repolissage mécanique afin d'améliorer le contraste métallographique. Un polissage final est réalisé avec une suspension OPS à base de silice colloïdale (0,04 µm), durant 5 minutes sous une charge de 5N.

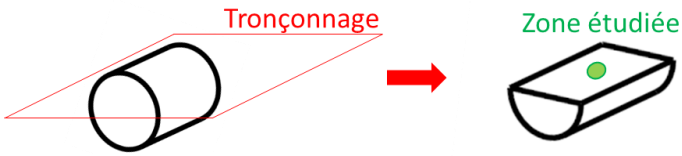

Figure II-4: Schéma illustrant les étapes de préparation de l'échantillon avant polissage et la localisation de la zone étudiée.

Tableau II-2: Protocole de polissage.

Etape	Draps/Abrasif	Lubrifiant	Vitesse de rotation plateau	Vitesse de rotation porte-échantillon	Force	Temps
1	Papier abrasif #1200	Eau	150 tr/min	150 tr/min	10	2 min
2	Drap – Largo	Pâte Diamantée 9 µm	150 tr/min	150 tr/min	10	4 min
3	Drap – Nap	Pâte Diamantée 3 µm	150 tr/min	150 tr/min	5	8 min
4	Drap – Chem	OP-S 0.025 µm	150 tr/min	150 tr/min	5	16 min
5	Drap – Chem	Eau	150 tr/min		5	16 min
6	Attaque chimique – Solution Villela					1 mm
7	Drap – Chem	OP-S 0.025 µm	150 tr/min	150 tr/min	5	5 min
8	Drap – Chem	Eau	150 tr/min	150 tr/min	5	5 min

2.3.2. MEB

2.3.2.1. Principe de fonctionnement

L'acquisition d'une image sur un microscope électronique à balayage (MEB) repose sur l'analyse des signaux générés par les interactions entre le faisceau d'électrons incident et la matière. Un faisceau d'électrons focalisé balaie la surface de l'échantillon, lequel est soumis à une tension d'accélération déterminant l'énergie des électrons incidents.

L'ensemble du MEB **(Figure II-5)** est maintenu sous un vide secondaire pour éviter la diffusion des électrons et assurer le bon fonctionnement de la source FEG (Field Emission Gun). Une pompe primaire (pompe à palettes ou à membrane) et une pompe secondaire (pompe turbomoléculaire ou ionique) sont montées en série. La pression obtenue est d'au moins 10^{-7} MPa pour garantir un fonctionnement optimal du MEB.

Le faisceau d'électrons est généré au niveau du canon à électrons. Dans les MEB classiques, la source est constituée d'un filament de tungstène chauffé par effet Joule, émettant des électrons par émission thermoïonique. Cependant, les microscopes récents sont majoritairement équipés de sources à émission de champ (FEG, Field Emission Gun), où les électrons sont extraits sans chauffage, par effet tunnel sous l'action d'un champ électrique appliqué à une pointe fine en tungstène. Ce mode d'émission offre une brillance supérieure, une meilleure cohérence du faisceau et une résolution nettement améliorée. Les MEB utilisés dans cette étude étaient les MEB FEG Zeiss Supra40 et JEOL F100.

Pour rappel, le mode de fonctionnement d'un microscope électronique est le suivant. L'échantillon est placé dans une chambre sous la colonne dans laquelle est produit un faisceau d'électrons. Le faisceau entre dans la colonne, où il est conditionné et focalisé par des lentilles électromagnétiques. Les condenseurs réduisent la taille de l'image du point de croisement initial. La lentille objective (OL) focalise le faisceau sur l'échantillon, définissant la distance de travail (WD). Une WD de 10 mm était utilisée pour les imageries secondaires, BSE et EDS, et de 15 mm pour les analyses en EBSD.

Des bobines de déflection et de balayage, parcourues par des courants électriques, permettent de balayer le faisceau focalisé sur la surface. L'interaction entre l'échantillon et le faisceau d'électrons produit divers signaux révélant des informations sur la topographie, la morphologie, la chimie et la cristallographie de l'échantillon

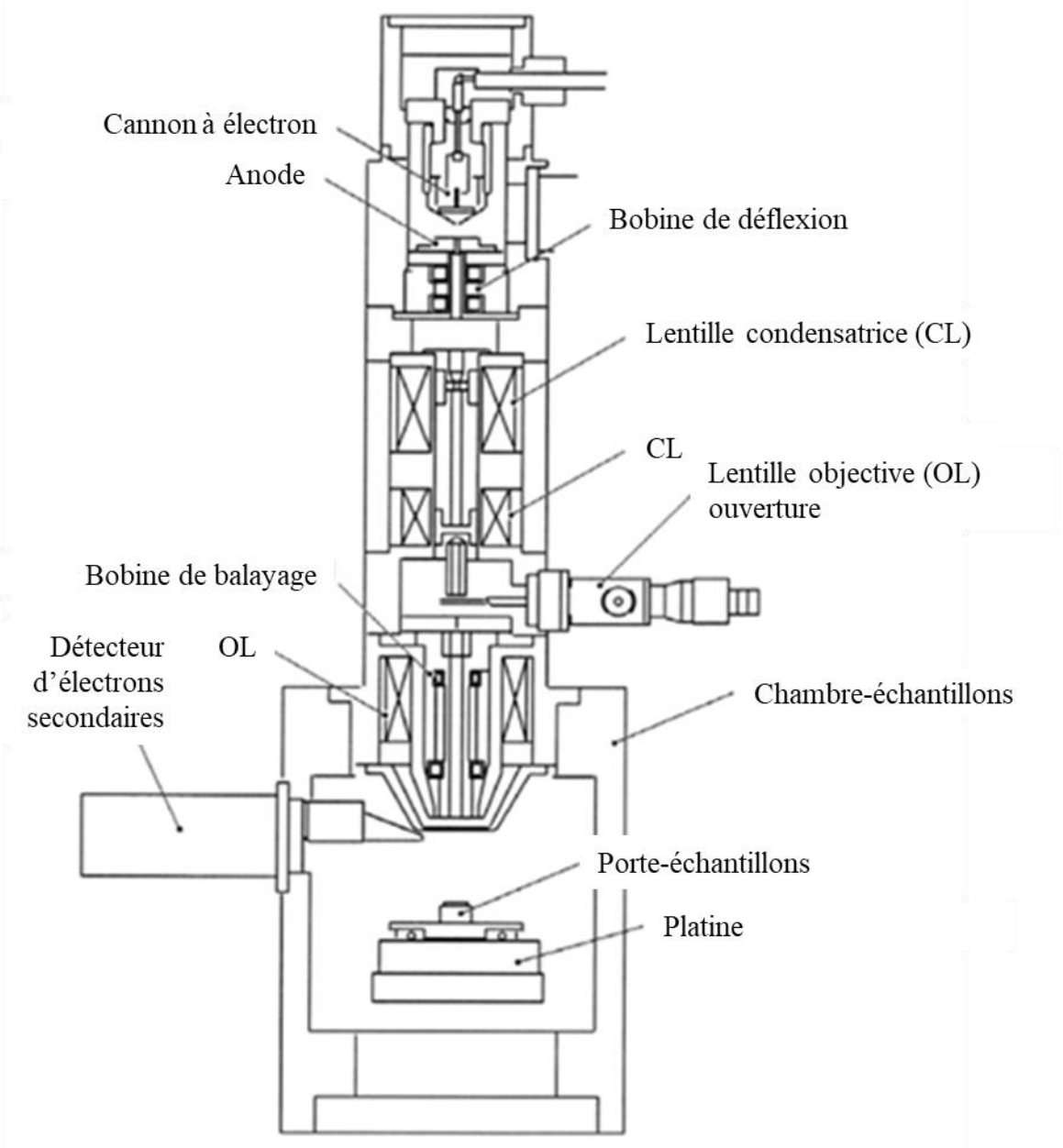

Figure II-5: Schéma d'un microscope électronique à balayage.

2.3.2.2. Interaction Electron-Matière

Lorsque les électrons atteignent la surface de l'échantillon, ils pénètrent dans le matériau, formant une zone d'interaction dont la taille et la forme dépendent de la tension d'accélération et du numéro atomique des éléments **(Figure II-6)**.

En imagerie, les signaux utilisés sont principalement de deux types : les électrons secondaires (SE) et les électrons rétrodiffusés (BSE).

Les électrons secondaires, émis par ionisation des atomes, possèdent une faible énergie et proviennent des couches superficielles, offrant une excellente résolution spatiale et un contraste topographique.

Les électrons rétrodiffusés résultent de diffusions élastiques et leur émission dépend du numéro atomique, fournissant un contraste compositionnel et topographique avec une résolution d'environ 1 µm.

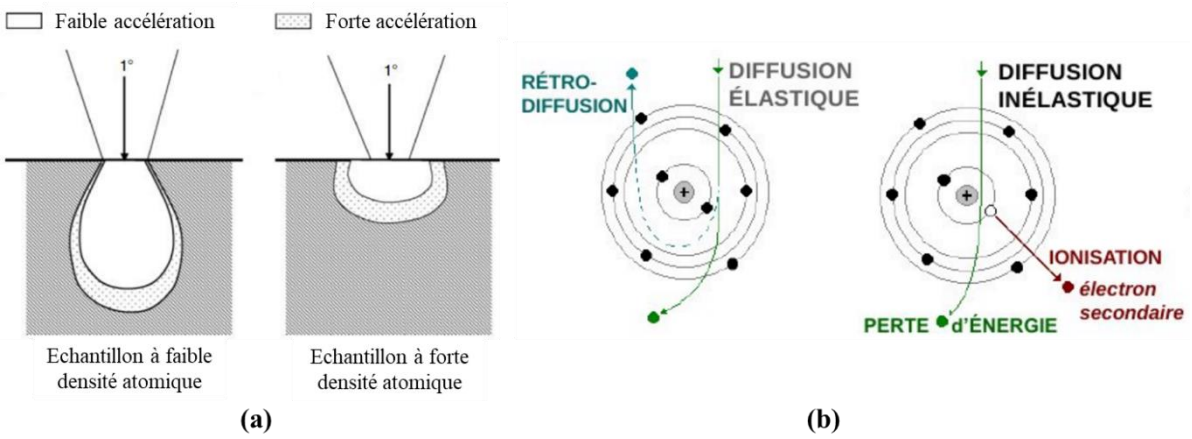

Figure II-6: Interaction électron-matière.

Dans cette étude, les images ont été prises sur le microscope Zeiss Supra 40 ou Jeol F100 avec une tension d'accélération de 15 KV dans le but de comparer nos résultats avec ceux obtenus dans la littérature (Boucard, 2018; Järvenpää et al., 2017; Parnian et al., 2017).

2.3.3. Analyse chimique EDS

Des analyses EDS (spectroscopie de rayons X à dispersion d'énergie) ont été effectuées afin de vérifier la composition chimique de chaque nuance. Cette technique a été choisie pour sa capacité à fournir de manière rapide et directe la composition locale du matériau.

Lors de l'interaction électron-matière, un troisième type de signal est également généré, plus en profondeur que les électrons rétrodiffusés : il s'agit des rayons X. Ces derniers sont notamment exploités pour l'analyse chimique des matériaux, via des techniques de spectroscopie dispersive en énergie (EDS).

Dans cette étude, une tension d'accélération de 20 kV a été utilisée ainsi qu'une distance de travail fixée à 10 mm. Cette valeur permet de respecter la condition classique selon laquelle la tension d'accélération doit être environ 2 à 3 fois supérieure à l'énergie du pic caractéristique le plus élevé à détecter (Goldstein et al., 2017). En l'occurrence, le nickel, présent dans les aciers inoxydables, possède une raie Kα située à 7,47 keV. Cette configuration garantit une excitation efficace des rayons X caractéristiques des principaux éléments présents dans les nuances étudiées.

Les énergies caractéristiques utilisées pour l'identification des éléments des nuances sont résumées dans le Tableau ci-dessous **(Tableau II-3).** Elles confirment que tous les éléments d'alliage principaux sont facilement détectables avec les paramètres opératoires choisis. Il est à noter que l'EDS permet de mesurer de légères différences de composition qui peuvent être liées à la ségrégation d'éléments comme le carbone ou le nickel (Järvenpää et al., 2017), résultats qui seront présentés et discutés dans le **Chapitre 3**.

Tableau II-3: Raies énergétiques des principaux éléments chimiques des aciers inoxydables austénitiques étudiés.

Élément	Raie utilisée	Énergie (keV)
Fer (Fe)	Kα	6,40
Chrome (Cr)	Kα	5,41
Nickel (Ni)	Kα	7,47
Molybdène (Mo)	Kα	17,48
Cuivre (Cu)	Kα	8,04
Manganèse (Mn)	Kα	5,90

2.3.4. Cartographie EBSD

En complément de l'analyse chimique, des observations cristallographiques ont été réalisées par diffraction des électrons rétrodiffusés, selon la technique EBSD (Electron Backscatter Diffraction) afin d'estimer la fraction volumique de martensite à l'échelle microscopique. Pour cela, l'échantillon est incliné de manière à ce que la normale à sa surface forme un angle de 70° avec le faisceau d'électrons, condition permettant d'optimiser l'efficacité du signal rétrodiffusé.

Lorsque les électrons incidents frappent l'échantillon, ils interagissent avec le réseau cristallin selon la loi de Bragg $[\mathbf{II-1}]$**:**

$$n\lambda = 2d(hkl)sin(\theta) \qquad [\mathrm{II}-1]$$

Les électrons qui satisfont cette condition sont diffractés de manière cohérente et forment des cônes de Kossel diffractant sur l'écran de phosphore, chacun associé à un plan cristallographique. Ces cônes représentent l'ensemble des directions dans lesquelles les électrons peuvent être diffractés à un angle donné, en fonction de l'espacement inter-réticulaire $d(hkl)$. L'accumulation de plusieurs cônes provenant de plusieurs plans cristallins donne naissance à un diagramme de Kikuchi, caractéristique de l'orientation locale du cristal.

Ce diagramme est ensuite capturé par une caméra CMOS. Dans cette étude, il s'agit du détecteur Symmetry S1 de chez Oxford permettant d'analyser plusieurs centaines d'images par seconde. Un algorithme d'indexation automatique compare les bandes Kikuchi (largeurs, orientations, angles entre bandes…) à une base de données cristallographique pour déterminer la phase et l'orientation cristalline locale. Le principe ainsi que le montage expérimental utilisé pour les mesures EBSD sont représentés dans la **Figure II-7.**

Pour faciliter la détection des bandes de Kikuchi, la transformée de Hough est utilisée qui transforme chaque pixel de l'image dans un espace paramétrique (ρ, θ) suivant l'équation $[\mathbf{II-2}]$**:**

$$\rho = xcos\theta + ysin\theta \qquad [II-2]$$

L'acquisition et le traitement des cartes EBSD ont été faits sur le logiciel AZTEC d'Oxford Instruments, qui corrige automatiquement le bruit de fond lors du prétraitement. Deux types de bruit de fond sont corrigés : statique et dynamique.

- Le bruit de fond statique est une correction fixe générée par le calcul d'une moyenne du signal sur de nombreux clichés, éliminant les variations lentes d'illumination et les artefacts fixes.
- Le bruit de fond dynamique est évalué individuellement sur chaque cliché de diffraction en appliquant un filtre gaussien pour extraire la composante de basse fréquence, améliorant ainsi le contraste et la définition des motifs cristallographiques.

Ce double traitement maximise la définition des motifs, réduisant les risques d'erreurs lors de l'indexation automatique

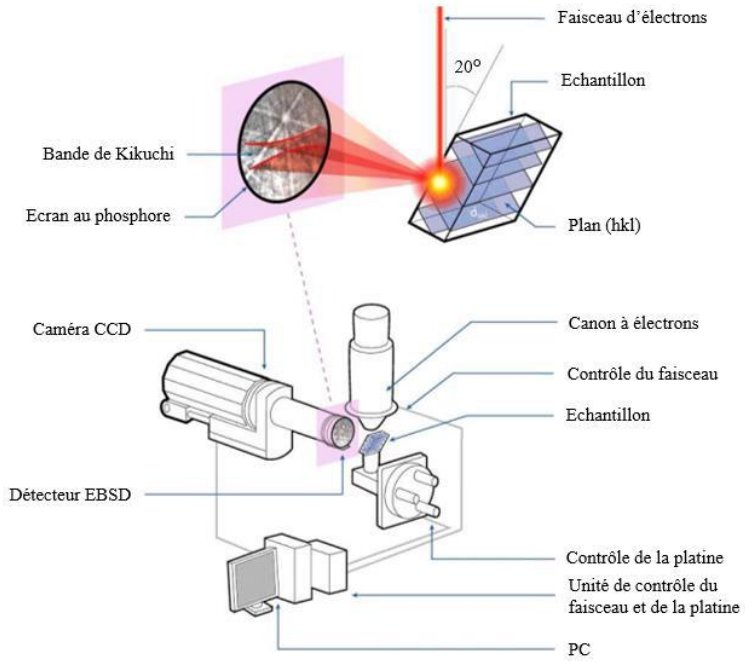

Figure II-7: Schéma de fonction de l'imagerie d'orientation EBSD (Oxford Instruments, 2025).

Bien que la transformation de phase soit souvent analysée par microscopie en transmission, la caractérisation microstructurale des échantillons utilisée dans ce travail de thèse pour estimer la fraction de phase martensite a été réalisée par EBSD suite à l'article de Gey et ses collègues (Gey et al., 2005) qui ont montré que cette technique permettait de révéler les variants de la phase martensitique se formant dans un acier inoxydable austénitique 304 déformé en traction à -60 °C avec une vitesse de déformation de 10^{-4} s^{-1}.

2.3.4.1. CSL (réseau de site de coïncidence)

Les joints de grains entre deux cristaux d'une même phase peuvent être décrits géométriquement par une désorientation définie par un axe de rotation [hkl] et un angle de rotation θ. Dans certains cas particuliers, deux réseaux peuvent coïncider parfaitement après une rotation. Cet ensemble forme un réseau de sites de coïncidence (CSL) ou Coincidence Site Lattice.

Le paramètre Σ caractérise ce degré de coïncidence. Il est défini comme un rapport entre le volume de la maille unitaire du CSL avec celui du réseau de base suivant la formule

$$\Sigma = \frac{V_{\text{lattice}}}{V_{\text{CSL}}} \qquad [II-3]$$

Avec V_{CSL} le volume de la maille unitaire du réseau de sites de coïncidence et V_{lattice} le volume de la maille unitaire du réseau cristallin de base.

Pour les systèmes cubiques, le calcul de Σ peut être relié à la géométrie de rotation grâce à deux entiers m et n décrivant la rotation, la fonction génératrice de Σ s'écrit :

$$\Sigma = \begin{cases} m^2 + n^2 & , si\ (m^2 + n^2)\ est\ impair \\ \frac{1}{2}(m^2 + n^2) & ,\quad si\ (m^2 + n^2)\ pair \end{cases} \qquad [II-4]$$

Le vecteur de Rodrigues, noté ρ_{rod}, permet de relier l'axe et l'angle de désorientation à une forme vectorielle rationnelle

$$\rho_{rod} = \frac{m}{n}[h,k,l]\ et\ tan\left(\frac{\theta}{2}\right) = \frac{m}{n}\sqrt{h^2 + k^2 + l^2} \qquad [II-5]$$

La **Figure II-8a** illustre le principe de la formation d'un réseau de coïncidence (CSL) : le réseau rouge est progressivement tourné jusqu'à ce que certains nœuds coïncident avec ceux du réseau vert, créant ainsi une superposition périodique de points communs entre les deux cristaux. La **Figure II-8b** illustre la relation de coïncidence Σ3 entre deux cristaux, typiquement observée pour une macle cohérente sur le plan (111) avec un axe de rotation <110> dans une structure FCC

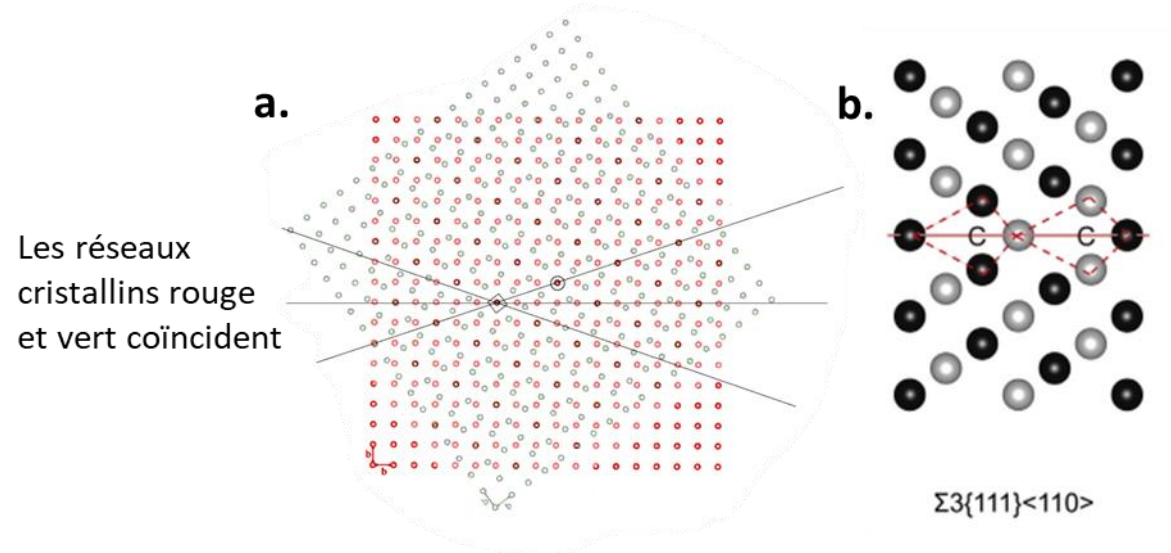

Figure II-8: a. Représentation schématique de la rotation d'un réseau cristallin pour obtenir une maille de coïncidence (CSL). Les réseaux rouge et vert coïncident après rotation, et les points indiqués en rouge représentent les nœuds à amener en coïncidence et b. Schéma d'une CSL Σ3.

La variation de la fraction de macle a été étudiée en fonction de la déformation afin de comprendre les mécanismes de déformation. Les résultats de l'analyse des cartes EBSD par le logiciel ATEX seront présentés en pourcentage de macles par rapport à la totalité des joints de grains, c'est-à-dire, incluant les joints de grains de faibles et de fortes désorientations ainsi que les autres CSL jusqu'aux indices S35b qui peuvent être détectés dans les structures cubiques à face centrée (Rollett, 2014).

2.3.4.2. Désorientation moyenne locale (Kernel Average Misorientation, KAM)

La désorientation moyenne locale, ou Kernel Average Misorientation (KAM), est un paramètre issu de l'analyse EBSD (Electron Backscatter Diffraction), utilisé pour quantifier les variations d'orientation locales au sein d'un même grain cristallin.

Elle constitue une mesure statistique du gradient d'orientation cristallographique à l'échelle du pixel et permet de décrire le degré d'hétérogénéité angulaire présent dans la microstructure.

Mathématiquement, le KAM est défini à partir de la comparaison entre l'orientation d'un pixel central et celles de ses pixels voisins directs. Le KAM s'exprime sous la forme :

$$\mathrm{KAM_{i,j}} = \frac{1}{|N(i,j)|} \sum_{(k,l)\in N(i,j)} \omega\left(o_{i,j}, o_{k,l}\right) \qquad [II-6]$$

Avec $|N(i,j)|$ qui représente le nombre total de pixels voisins pris en compte dans le calcul, tandis que $(o_{i,j}, o_{k,l})$ correspond à l'angle de désorientation entre l'orientation du pixel central ($o_{i,j}$ et celle d'un pixel voisin $o_{k,l}$.

2.4. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X (XRD) est une technique d'analyse rapide principalement utilisée pour l'identification des phases d'un matériau cristallin et leur concentration, l'étude de la texture cristallographique et la détermination des contraintes résiduelles dans l'échantillon.

Comparativement à l'EBSD, qui sonde la fraction volumique de phase transformée ou la texture de l'ordre du micron, la XRD fournit des informations sur des zones plus importantes, de l'ordre du millimètre et donne une vision plus globale du matériau.

La diffraction des rayons X sur un matériau cristallin produit des pics d'intensité à des angles θ spécifiques correspondant aux espacements entre les plans des cristallins $d(hkl)$ des phases constituant l'échantillon étudié (Équation III-1). La présence de contraintes résiduelles induit de faibles changements de l'espacement entre les plans cristallins $d(hkl)$ se traduisant par un léger décalage de l'angle θ auquel la phase diffracte.

2.4.1. Analyse de phases

Le principe expérimental, illustré par la **Figure II-9**, utilise des rayons X de longueur d'onde λ connue, produits par un tube cathodique, filtrés et projetés sur un échantillon. L'échantillon et le détecteur tournent, enregistrant l'intensité des rayons X diffractés. Lorsque la loi de Bragg est satisfaite, des pics d'intensité apparaissent, formant un diffractogramme.

Chaque phase produit des pics de diffraction spécifiques, permettant son identification. L'intensité des pics est proportionnelle à la fraction de la phase dans le mélange, permettant sa quantification.

Les mesures DRX ont été réalisées sur la machine D8 de Brucker, équipée d'une anode de cobalt de longueur d'onde de 0,789 nm et d'un détecteur planaire. L'échantillon a été intégré avec une rotation dynamique à 360 degrés pour améliorer l'analyse. Les diffractogrammes ont été mesurés de 45 à 95 degrés avec un pas de 0,5 degré.

La fraction volumique de martensite a été estimée avec le logiciel MAUD (Lutterotti et al., 1999), utilisant la méthode de raffinement de Rietveld (Rietveld, 1969), adaptée aux aciers inoxydables austénitiques.

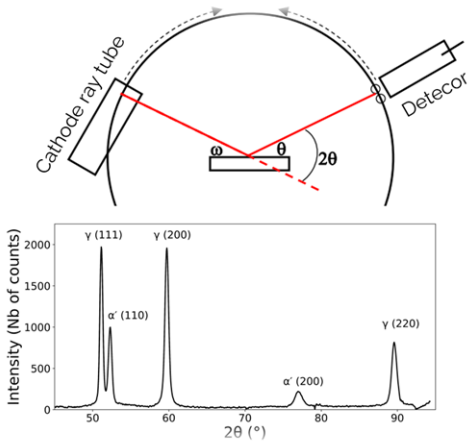

Figure II-9: Schéma de fonctionnement de la diffraction des rayons X.

2.4.2. Mesures des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles sont des contraintes statiques autoéquilibrées présentes dans un matériau sans chargement extérieur. Elles peuvent être générées par toutes les hétérogénéités de déformation introduites à toute échelle de la structure lors d'un procédé de mise en œuvre ou de l'utilisation en service du matériau.

La méthode des cos(α) (Tanaka, 2019) peut être appliquée pour déterminer la contrainte résiduelle sur le logiciel ATEX (Beausir & Fundenberger, 2017). L'utilisation d'un détecteur bidimensionnel placé perpendiculairement au faisceau de rayons X incident permet d'enregistrer l'anneau de Debye à un pic de diffraction approprié par une seule exposition. La **Figure II-10** représente la configuration de mesure et l'anneau de Debye obtenu pour un angle d'inclinaison d'échantillon ψ_0. Ainsi, la déformation εα est déterminée à partir du rayon de l'anneau de Debye et tracée en fonction de cos(α). Enfin, à l'aide du coefficient directeur de la régression linéaire et des constantes élastiques du matériau (module d'Young E et coefficient de Poisson ν), la contrainte résiduelle est calculée par la loi de Hooke en élasticité isotrope $[\boldsymbol{II-3}]$:

$$\sigma = \frac{E}{1+\nu}\frac{1}{sin(2\eta)\ sin(2\psi_0)}\frac{\partial \varepsilon_\alpha}{\partial \cos(\alpha)} \qquad [II-7]$$

Pour les contraintes résiduelles, les mesures DRX ont été réalisées sur la machine Pulstech avec une anode en chrome de longueur d'onde de 2,508 Å et un collimateur de 3 mm. Les mesures ont été effectuées suivant la direction de laminage et en suivant un protocole précis. Les éprouvettes mesurant 200 mm de longueur, cinq points de mesure ont été faits avec un espacement de 25 mm entre deux points. De plus, une marge de 50 mm aux extrémités a été conservée afin de ne pas mesurer des contraintes résiduelles induites lors de la découpe. Le résultat obtenu est une moyenne calculée sur chaque échantillon, et un faible écart-type a été noté.

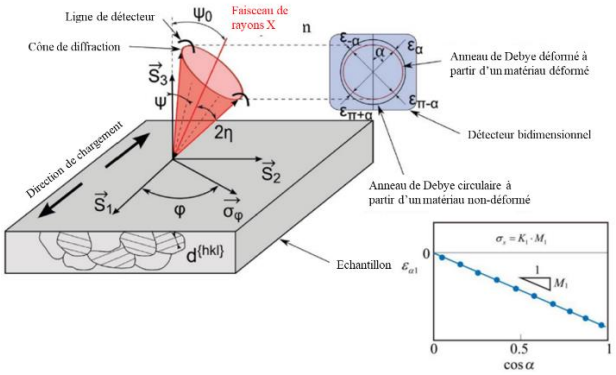

Figure II-10: Principe de détermination des contraintes résiduelles par DRX et la méthode des cos(α).

2.4.3. Textures cristallographiques

La texture, résultant principalement du procédé de mise en forme comme le laminage, décrit les orientations cristallographiques préférentielles des grains dans un matériau. Contrairement à un matériau isotrope, un matériau texturé présente une distribution non uniforme des orientations cristallines.

La mesure de la texture a été réalisée avec le diffractomètre D5000 de Bruker. L'échantillon a été tourné selon différents axes pour mesurer l'intensité diffractée, enregistrée en fonction de l'inclinaison khi et de la rotation phi. Un angle de diffraction constant est maintenu, correspondant au plan cristallin d'intérêt **(Figure II-11)**.

En balayant l'orientation spatiale des grains, on obtient une cartographie des intensités diffractées, traitées pour produire une figure de pôle représentant la densité de probabilité d'orientation d'un plan cristallin donné. Une source de cobalt avec une longueur d'onde de 1,7889 Å est utilisée, avec un temps total de mesure par phase de 9h00, un point étant mesuré tous les 2,5 degrés en χ et tous les 5 degrés en φ.

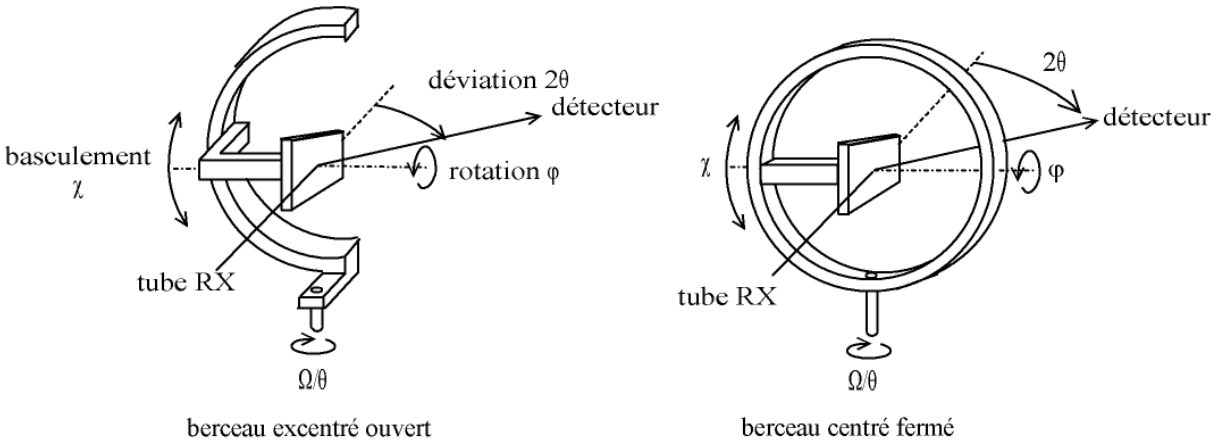

Figure II-11: Principe de fonctionnement du goniomètre.

2.5. Ferriscope

La phase martensitique étant magnétique, contrairement à la phase austénitique qui est amagnétique, des analyses de phases ont également été réalisées par magnétisme à l'aide d'un ferriscope. Les résultats montrent les mêmes tendances que ceux obtenus par diffraction des rayons X, ils n'ont pas été détaillés dans ce manuscrit mais sont présentés en **Annexe A-4**.

3. Modélisation de l'écoulement plastique

Les modèles phénoménologiques des aciers inoxydables austénitiques décrivent l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction de la vitesse de déformation et de la température. Toutefois, il convient de souligner que l'étude et la compréhension du comportement mécanique reposent d'abord sur la théorie de la plasticité. Cette théorie est essentielle pour décrire les phénomènes de déformation permanente et les modifications de forme des matériaux soumis à des contraintes appliquées.

3.1. Algorithme de retour radial

La méthode de retour radial est une approche numérique utilisée pour résoudre les équations différentielles du comportement plastique des matériaux. Lors de la déformation plastique, le matériau peut subir un écrouissage, qui modifie la surface d'écoulement : elle se dilate (écrouissage isotrope) ou se translate (écrouissage cinématique).

En se basant sur un critère de plasticité, dans notre cas le critère de Von Mises, on considère l'existence d'une fonction de charge F, définie par :

$$F = \bar{\sigma} - \sigma_y\left(\bar{\varepsilon}_p, \bar{\dot{\varepsilon}}_p, T\right) = 0 \qquad [II-8]$$

où σ_y est la contrainte d'écoulement plastique du matériau et $\bar{\sigma}$ la contrainte équivalente de Von Mises définie à partir de la contrainte déviatorique $\boldsymbol{S}$:

$$\bar{\sigma} = \sqrt{\frac{3}{2} S_{ij} S_{ij}} \qquad [II-9]$$

où $S_{ij} = \sigma_{ij} - \frac{1}{3}\,\sigma_{kk}\,\delta_{ij}$ avec $\sigma_{kk} = \mathrm{tr}[\boldsymbol{\sigma}]$ la trace du tenseur des contraintes $\boldsymbol{\sigma}$.

La déformation plastique équivalente $\bar{\varepsilon}_p$ et la vitesse de déformation plastique équivalente $\bar{\dot{\varepsilon}}_p$ sont définies par :

$$\bar{\dot{\varepsilon}}_p = \sqrt{\frac{2}{3}\,\dot{\varepsilon}_{ij}{}^{p}\,\dot{\varepsilon}_{ij}{}^{p}} = \sqrt{\frac{2}{3}}\gamma_{mp} \qquad [II-10a]$$

$$\bar{\varepsilon}_p = \int_0^t \bar{\dot{\varepsilon}}_p(u)\ \mathrm{d}u = \sqrt{\frac{2}{3}}\Gamma_{mp} \qquad [II-10b]$$

où $\dot{\varepsilon}_{ij}{}^{p}$ sont les composantes du tenseur des déformations plastiques $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{\boldsymbol{p}}$.
γ_{mp} et Γ_{mp} sont des scalaires positifs appelés multiplicateurs plastiques.
La fonction de charge F définit la surface de charge lorsque $F = 0$. Elle indique donc que l'état de contrainte se situe :

- dans le domaine élastique si $F < 0$
- dans le domaine plastique si $F = 0$

En appliquant la règle de normalité, le tenseur de taux de déformation plastique $\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}$ s'écrit :

$$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}} = \gamma_{mp}\boldsymbol{N} \qquad [II-11]$$

où $\boldsymbol{N}$ est le tenseur d'ordre 2 normal à la fonction de charge de composantes N_{ij}:

$$N_{ij} = \frac{S_{ij}}{\sqrt{S_{ij}S_{ij}}} \qquad [II-12]$$

et nous avons bien $\|\boldsymbol{N}\|$**=1.**

En utilisant la loi de Hooke et Le tenseur de contrainte déviatorique S_{ij} peut aussi s'écrire comme suit

$$S_{ij} = 2G\,(e_{ij} - \varepsilon_{ij}{}^{p}) \qquad [II-13]$$

avec $\varepsilon_{ij} = \varepsilon_{ij}{}^{e} + \varepsilon_{ij}{}^{p}$ où $\varepsilon_{ij}{}^{e}$ correspond à la déformation élastique et $e_{ij} = \varepsilon_{ij} - \frac{1}{3}\,\varepsilon_{kk}\,\delta_{ij}$ où $\varepsilon_{kk} = \mathrm{tr}[\boldsymbol{\varepsilon}]$ la trace du tenseur de déformation totale **ε** et *G* le module de cisaillement.

Nous décrirons uniquement la méthode de retour radial dans le cas d'un matériau isotrope **(Figure II-12)**. L'écrouissage isotrope se décrit comme une dilatation de la surface de charge, où l'on constate que les propriétés mécaniques sont identiques dans toutes les directions, que ce soit en traction ou en compression.
La méthode consiste à projeter radialement la contrainte d'essai (ou trial en anglais) sur la surface de plasticité pour satisfaire les conditions d'équilibre $F = 0$. Ce processus itératif ajuste la contrainte et met à jour les déformations plastiques jusqu'à convergence.

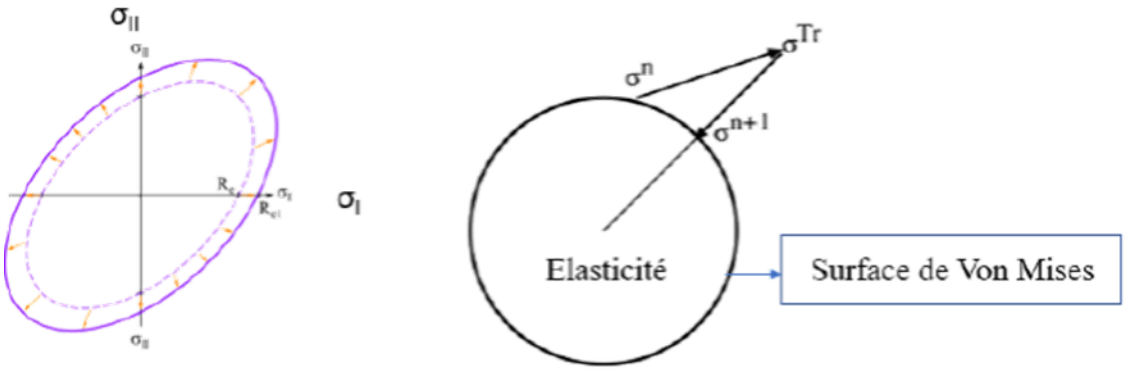

Figure II-12: Méthode de retour radial : Ecrouissage isotrope (Ming & Pantalé, 2018a).

On suppose que l'incrément de déformation entre l'instant t_0 (dernière configuration équilibrée) et l'instant t_1 (nouvelle configuration équilibrée avec $t_1 = t_0 + dt$ est $d\varepsilon$, et que le tenseur de contrainte déviatorique à l'instant t_0 est S^0.

La partie déviatorique de la contrainte d'essai S^{tr} est calculée à partir de l'incrément de déformation déviatorique en supposant qu'il est purement élastique au temps t_1:

$$S^{tr}{}_{ij} = S^{0}{}_{ij} + 2G\,(e_{ij}{}^{1} - e_{ij}{}^{0}) \qquad [II-14]$$

avec ${e_{ij}}^1$ et ${e_{ij}}^0$ les déformations déviatorique au temps t_1 et t_0.

La fonction de charge devient donc :

$$F^{tr} = \bar{\sigma}^{tr} - {\sigma_y}^0\left({\bar{\varepsilon}_p}^0, {\dot{\bar{\varepsilon}}_p}^0, T^0\right) \qquad [II-15]$$

avec

$$\bar{\sigma}^{tr} = \sqrt{\frac{3}{2}{S^{tr}}_{ij}{S^{tr}}_{ij}} \qquad [II-16]$$

et σ_{y0} la contrainte d'écoulement de la dernière configuration équilibrée (à l'instant $t = t_0$) et $\bar{\sigma}^{tr}$ la contrainte d'essai de von Mises.

Pour déterminer si la contrainte d'essai déviatorique prédite ${S^{tr}}_{ij}$ est plastiquement admissible, un test doit être effectué sur le signe de la fonction de charge, ce qui conduit aux deux cas suivants :

- Si $F^{tr} < 0$, alors l'ensemble du pas d'incrément est entièrement élastique. Cela signifie qu'il n'y a pas eu de déformation plastique et on en déduit que ${S^1}_{ij} = {S^{tr}}_{ij}$
- Si $F^{tr} = 0$, alors ${S^{tr}}_{ij}$ est plastiquement admissible et ${S^1}_{ij} = {S^{tr}}_{ij}$.
- Si $F > 0$, la contrainte d'essai n'est pas admissible et une correction plastique doit être réalisée afin de calculer la valeur finale du tenseur de contrainte S_{ij}.

La correction plastique est obtenue en appliquant le paramètre (discret) de cohérence généralisée $F(\Gamma_{mp}) = 0$ à la fin de l'incrément en cours, c'est-à-dire à l'instant $t = t_1$.

$$F\left(\Gamma_{mp}\right) = \sqrt{\frac{3}{2}{S^1}_{ij}{S^1}_{ij}} - {\sigma_y}^1\left({\bar{\varepsilon}_p}^1, {\dot{\bar{\varepsilon}}_p}^1, T^1\right) \qquad [II-17]$$

avec

$${S^1}_{ij} = {S^{tr}}_{ij} - 2G\,\Gamma_{mp}{N_{ij}}^{tr} \qquad [II-18]$$

et

$${\dot{\bar{\varepsilon}}_p}^1 = {\dot{\bar{\varepsilon}}_p}^0 + \sqrt{\frac{2}{3}}\Gamma_{mp} \qquad [II-19]$$

Dans le cadre d'une intégration incrémentale explicite nous avons également :

$$\dot{\bar{\varepsilon}}_p{}^1 = \frac{1}{dt}\sqrt{\frac{2}{3}}\Gamma_{mp} \qquad [II-20]$$

En combinant les équations $[II-13]$ à $[II-16]$, cela revient à résoudre une équation à une inconnue Γ_{mp} définie par (Ming, 2023):

$$F(\Gamma_{mp}) = \bar{\sigma}^{tr} - \sqrt{6}G\Gamma_{mp} - \sigma_y{}^1(\Gamma_{mp}) = 0 \qquad [II-21]$$

Une fois la valeur finale du correcteur plastique Γ_{mp} déterminée, la partie déviatorique $\boldsymbol{S^1}$de la contrainte ainsi que les autres tenseurs peuvent être mises à jour.

Une solution analytique de l'équation $[II-15]$ peut être obtenue dans le cas d'un matériau suivant un écrouissage linéaire $\sigma_y = \sigma_0 + H\bar{\varepsilon}_p$ où H est une constante.

$$\Gamma_{mp} = \sqrt{\frac{3}{2}}\frac{\bar{\sigma}^{tr} - \sigma_y{}^0}{3G + M_t} \qquad [II-22]$$

où M_t est le module tangent défini par :

$$M_t = \frac{d\sigma_y{}^0}{d\bar{\varepsilon}_p} = H \qquad [II-23]$$

Finalement, l'incrément de déformation est obtenu grâce à l'équation

$$\bar{\varepsilon}_p = \frac{\bar{\sigma}_{tr} - \sigma_y{}^0}{3G + H} \qquad [II-24]$$

3.2. Lois de comportement mécanique

La modélisation du comportement des matériaux, repose également sur l'utilisation de lois de comportement phénoménologiques. Aujourd'hui, plusieurs lois empiriques sont couramment utilisées pour décrire le comportement plastique des matériaux métalliques. Ces lois permettent de représenter l'évolution des contraintes en fonction des déformations, en tenant compte des mécanismes d'écrouissage et des conditions de chargement. Bien qu'un grand nombre de modèles existent, nous nous limiterons aux deux modèles très utilisés pour la simulation numérique des procédés de mise en forme des matériaux métalliques et notamment implémentés dans Abaqus ou ColdForm : le modèle de Johnson-Cook et le modèle de Hansel-Spittel.

3.2.1. Equation constitutive de Johnson-Cook

Le modèle de Johnson-Cook, développé par G.R. Johnson et W.H. Cook en 1983 (Johnson & Cook, 1983), est un modèle constitutif largement utilisé pour représenter le comportement mécanique des matériaux métalliques soumis à des charges dynamiques et thermomécaniques élevées. Il est particulièrement adapté aux contextes comme l'usinage, les essais de choc, ou les impacts balistiques.

Ce modèle élasto-viscoplastique permet de prédire la contrainte équivalente en fonction de la déformation plastique, de la vitesse de déformation et de la température. Il est notamment utilisé pour modéliser le comportement des aciers inoxydables austénitiques (Calamaz et al., 2010; Karkalos & Markopoulos, 2018; Zou et al., 2023).

$$\sigma_y(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, T) = \left(A + B{\varepsilon_p}^n\right)\left(1 + Cl\,n\left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{ref}}\right)\right)\left(1 - \left(\frac{T - T_{ref}}{T_f - T_{ref}}\right)^m\right) \qquad [II-25]$$

Avec, A la limite d'élasticité du matériau, B le coefficient d'écrouissage du matériau, n le taux d'écrouissage du matériau. ε_p correspond à la déformation plastique, $\dot{\varepsilon_p}$ la vitesse de déformation plastique $\dot{\varepsilon}_{ref}$ la vitesse de référence et C le coefficient d'écrouissage viscoplastique. T correspond à la température d'essai, T_f à la température de fusion du matériau et T_{ref} la température de référence. Le paramètre m correspond à la sensibilité à la température.

Cette loi est divisée en 3 grandes parties, le comportement plastique à froid modélisé par la loi de Ludwik $\left(A + B{\varepsilon_p}^n\right)$, l'effet de la vitesse de déformation $\left(1 + Cl\,n\left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{ref}}\right)\right)$ et l'effet de la température et de l'adoucissement thermique $\left(1 - \left(\frac{T-T_{ref}}{T_f-T_{ref}}\right)^m\right)$.

3.2.2. Equation constitutive de Hansel-Spittel

Le modèle de Hansel-Spittel (Hansel & Spittel, 1978) a été spécialement développé pour décrire la déformation plastique à chaud des matériaux métalliques (Chadha et al., 2018; Chen et al., 2021). Ce modèle repose sur une formulation mathématique prenant en compte l'influence de la vitesse de déformation et de la température. Il permet une bonne corrélation avec les données expérimentales et est adapté aux situations impliquant de grandes déformations.

Cependant, ce modèle ne prend pas en compte la résistance élastique, ce qui le rend peu précis dans le domaine des petites déformations. De plus, étant purement empirique, il n'intègre pas les phénomènes physiques tels que l'endommagement, ce qui rend risquée toute extrapolation des résultats en dehors de la plage expérimentale.

$$\sigma_y\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, T\right) = A e^{m_1 T} {\varepsilon_p}^{m_2} {\dot{\varepsilon}_p}^{m_3} e^{\frac{m_4}{\varepsilon_p}} \left(1+\varepsilon_p\right)^{m_5 T} e^{m_7 \varepsilon_p} {\dot{\varepsilon}_p}^{T m_8} \cdot T^{m_9} \qquad [II-26]$$

Avec, $A, m_1, m_2, m_3, m_4, m_5, m_7, m_8, m_9$ les coefficients de l'équation de Hansel-Spittel. Les paramètres $m_1$et m_9 définissent la sensibilité du matériau à la température, m_5 le couplage entre la température et la déformation, m_8 le couplage entre la température et la vitesse de déformation, m_2, m_4 *et* m_7 définissent la sensibilité du matériau à la déformation et m_3 définit la sensibilité du matériau à la vitesse de déformation.

3.3. Modélisation des matériaux multiphasés ou loi des mélanges

La modélisation du comportement mécanique des aciers multiphasiques tels que les aciers inoxydables austénitiques nécessite l'utilisation de la loi des mélanges. Elle permet d'évaluer la contrainte d'écoulement globale à partir des contraintes d'écoulement propres à chaque phase et de leurs fractions volumiques respectives.

Deux approches sont principalement utilisées, IsoStrain (hypothèse des déformations plastiques égales) ou IsoWork (hypothèse du travail plastique équivalent).

La contrainte d'écoulement plastique σ_y ne dépend pas uniquement de la déformation plastique équivalente $\bar{\varepsilon}_p$de la vitesse de déformation équivalente $\bar{\dot{\varepsilon}}_p$ ou de la température T mais également de l'évolution de la transformation de phase austénitique en phase martensitique. Celle-ci est donc évaluée à chaque incrément par la formule générale de la loi des mélanges :

$$\sigma_y(\bar{\varepsilon}_p, \bar{\dot{\varepsilon}}_p, T) = f^{\gamma}\sigma_{\gamma}\left(\bar{\varepsilon}_p^{\gamma}, \bar{\dot{\varepsilon}}_p^{\gamma}, T\right) + f^{\alpha'}\sigma_{\alpha'}\left(\bar{\varepsilon}_p^{\alpha'}, \bar{\dot{\varepsilon}}_p^{\alpha'}, T\right) \qquad [II-27]$$

avec $\bar{\varepsilon}_p^{\alpha'}$ la déformation plastique équivalente de la martensite, $\bar{\varepsilon}_p^{\gamma}$ la déformation plastique équivalente de l'austénite et $\bar{\varepsilon}_p$ la déformation plastique totale.

Notons que $f^{\gamma} = 1 - f^{\alpha'}$ correspond à la fraction volumique de la phase austénitique. L'évolution de $f^{\alpha'}$ peut par exemple être modélisée à l'aide de la loi de Olson et Cohen

3.3.1. Hypothèse des déformations plastique égales : IsoStrain

Lorsque la fraction de martensite n'est plus négligeable dans le matériau, le comportement mécanique a été modélisé en considérant une loi des mélanges.

Cette approche suppose que toutes les phases subissent la même déformation plastique équivalente :

$$\bar{\varepsilon}_p = \bar{\varepsilon}_p^{\alpha\prime} = \bar{\varepsilon}_p^{\gamma} \qquad [II-28]$$

Avec $\bar{\varepsilon}_p^{\alpha\prime}$ la déformation plastique équivalente de la martensite, $\bar{\varepsilon}_p^{\gamma}$ la déformation plastique équivalente de l'austénite et $\bar{\varepsilon}_p$ la déformation plastique totale.

La contrainte d'écoulement globale est alors le résultat d'un mélange linéaire pondéré par les fractions volumiques des deux phases :

$$\sigma_y\left(\bar{\varepsilon}_p, \dot{\bar{\varepsilon}}_p, T\right) = f^{\gamma}\sigma_{\gamma}\left(\bar{\varepsilon}_p, \dot{\bar{\varepsilon}}_p, T\right) + f^{\alpha'}\sigma_{\alpha'}\left(\bar{\varepsilon}_p, \dot{\bar{\varepsilon}}_p, T\right) \qquad [II-29]$$

Avec $f^{\gamma} = 1 - f^{\alpha'}$ correspond à la fraction volumique de la phase austénitique et $\sigma_{\gamma}\ et\ \sigma_{\alpha'}$ les contraintes d'écoulement de l'austénite et de la martensite.

L'hypothèse IsoStrain est particulièrement adaptée lorsque la microstructure est fine, homogène et quand la déformation plastique entre les deux phases est identique. Elle a beaucoup été utilisée dans les premiers modèles multiphasiques (Bouaziz & Buessler, 2002; Mori & Tanaka, 1973).

3.3.2. Hypothèse du travail plastique équivalent : IsoWork

Contrairement à l'hypothèse IsoStrain, où la déformation plastique équivalente est imposée identique dans toutes les phases, l'approche IsoWork repose sur l'égalité du **travail plastique accumulé** dans chacune d'elles :

$$\int_0^{\bar{\varepsilon}_p^{\gamma}} \sigma_{\gamma}(u)\ du = \int_0^{\bar{\varepsilon}_p^{\alpha\prime}} \sigma_{\alpha'}(u)\, du = \int_0^{\overline{\varepsilon^p}} \sigma_y(u)\, du \qquad [II-30]$$

Bouaziz et Buessler proposent une formulation simplifiée conduisant à une contrainte d'écoulement globale :

$$\sigma_y\left(\bar{\varepsilon}_p, \dot{\bar{\varepsilon}}_p, T\right) = \left[f^{\gamma}\sigma_{\gamma}\left(\bar{\varepsilon}_p, \dot{\bar{\varepsilon}}_p, T\right) + f^{\alpha'}\sigma_{\alpha'}\left(\bar{\varepsilon}_p, \dot{\bar{\varepsilon}}_p, T\right)\right]^{1/n_{IW}} \qquad [II-31]$$

Avec n_{IW} un exposant du matériau lié à la sensibilité des deux phases à la déformation plastique déterminé expérimentalement (S. Y. P. Allain et al., 2015; Gao et al., 2022).

Cette méthode devient pertinente lorsque les phases présentent des résistances et des déformations très différentes, mais n'est pas particulièrement bien adaptée aux implémentations dans les subroutines d'Abaqus et Coldform. Cette approche ne sera donc pas retenue dans nos modélisations.

3.4. Couplage thermique

Le couplage thermique permet le transfert d'énergie entre un système mécanique et son environnement thermique. Ce type de couplage est essentiel pour suivre les variations de température et les flux de chaleur se produisant dans le matériau pendant un essai mécanique.
Lorsqu'un matériau est soumis à une déformation, une partie de l'énergie mécanique est dissipée sous forme de chaleur. Cette conversion peut affecter le comportement du matériau, en particulier dans les simulations à haute vitesse de déformation ou en plasticité. Pour modéliser correctement ce phénomène, plusieurs aspects doivent être pris en compte :

- La conductivité thermique et la capacité calorifique C_p, qui influencent la diffusion et l'accumulation de chaleur.
- Les conditions aux limites thermiques pouvant être introduites par un contact ou avec le milieu environnant.
- Un couplage multiphysique, où les équations de bilan thermique et de mécanique doivent être résolues ensemble.

L'élévation de température liée à la dissipation plastique est calculée à chaque incrément de déformation à l'aide de l'équation suivante :

$$\Delta T = \frac{\eta_{TQ}}{\rho C_p}\left(\bar{\sigma}\,\Delta\varepsilon_p\right) \qquad [II-32]$$

η_{TQ}: coefficient de Taylor-Quinney (généralement entre 0.85 et 0.95),
ρ: densité du matériau (kg/m³),
C_p: capacité thermique massique (J/kg·K),
$\bar{\sigma}$: contrainte équivalente de Von Mises,
$\Delta\varepsilon_p$: incrément de déformation plastique.

La température est ensuite mise à jour à chaque pas de temps :

$$T^1 = T^0 + \Delta T \qquad [II-33]$$

Comme on peut le voir dans les lois de comportement de Johnson-Cook ou Hansel-Spittel, l'élévation de la température va contribuer à l'effet de l'adoucissement thermique, c'est-à-dire la diminution de la contrainte d'écoulement sous l'effet de l'augmentation de la température. A cela s'ajoute l'influence de la température sur la cinétique de transformation de phases. L'échauffement tend en effet à ralentir la transformation martensitique. Comme σ_y dépend directement de $f^{\alpha'}$ pour les matériaux multiphasés, cette évolution influencera la surface de charge et donc la réponse mécanique prédite par l'algorithme de retour radial.

4. Implémentation des modèles

Trois logiciels seront utilisés pour implémenter et tester les modèles de lois de comportement et de cinétique de transformation de phase :

- Programme sous Python : pour les simulations de traction 1D.
- Abaqus : pour les essais de laminage 2D et traction 1D, 2D et 3D avec utilisation de subroutine utilisateur (Vumat)
- Coldform : pour les essais essais de traction 3D et laminage 3D et avec utilisation de subroutine

4.1. Implémentation dans les programmes Python

Nous allons présenter le schéma de résolution du retour radial en écrouissage cinématique et isotrope des aciers inoxydables en chargement uniaxial. Les calculs peuvent être déduits directement de l'algorithme de retour radial présenté au paragraphe 3 de ce chapitre ou géométriquement à partir du schéma de la **Figure II-13.** En supposant que les paramètres du matériau sont connus, à savoir le module de Young E, le module tangent d'écrouissage M_t, la contrainte d'écoulement plastique initiale σ_y^0, ainsi que la déformation uniaxiale plastique initiale ε_p^0 les calculs sont d'abord réalisés dans le cadre d'un écrouissage isotrope selon les expressions suivantes :

$$\sigma_{tr} = \sigma_y + E \cdot \Delta\varepsilon \qquad [II-34]$$

$$\sigma_y^n = \sigma_y^0 + M_t \cdot \varepsilon_p \qquad [II-35]$$

$$F = |\sigma_{tr}| - \sigma_y^n \qquad [II-36]$$

où σ_{tr} est la contrainte de traction d'essai (ou trial).

Une fois la fonction de charge F calculée, une vérification du critère de plasticité est effectuée :
si $F < 0$, le matériau est considéré dans son domaine élastique. Aucune déformation plastique n'est enregistrée, et la contrainte est mise à jour de la manière suivante :

$$\sigma^{n+1} = \sigma_{\mathrm{tr}} \qquad [II-37a]$$

$$\varepsilon_p^{n+1} = \varepsilon_p \qquad [II-37b]$$

si $F > 0$, le matériau entre dans le domaine plastique. L'incrément de déformation plastique est alors calculé par :

$$\Delta\varepsilon_p = \frac{F}{E + M_t} \qquad [II-38]$$

La contrainte est corrigée en prenant en compte cet incrément :

$$\sigma = \sigma_{tr} - E\Delta\varepsilon_p \, sign(\sigma_{tr}) \qquad [II-39]$$

La déformation plastique cumulée est ensuite mise à jour :

$$\varepsilon_p = \varepsilon_p^0 + \Delta\varepsilon_p \qquad [II-40]$$

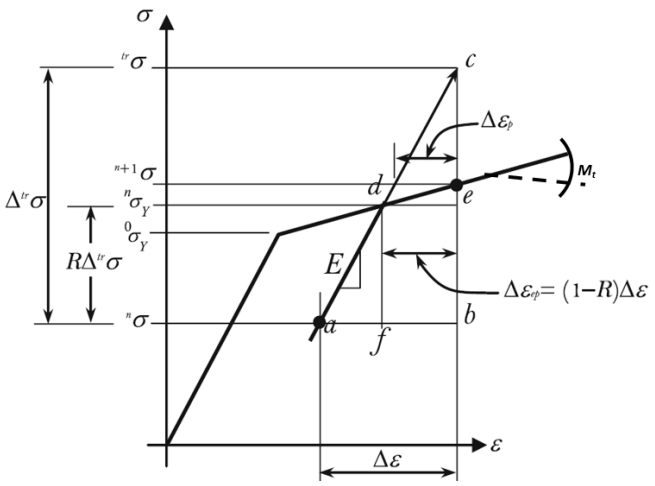

Figure II-13: Schéma retour radial *(N.-H. Kim, 2015)*.

La fonction $sign$ renvoie le signe de σ_{tr}, soit +1 si elle est positive, -1 si elle est négative, et 0 si elle est nulle.

Dans le cas de l'écrouissage cinématique, une variable interne α_c est introduite. Elle modifie l'expression de la contrainte d'essai :

$$\mathrm{eta} = \sigma_{\mathrm{tr}} - \alpha_c \qquad [II-41]$$

La fonction de charge devient alors :

$$F = |eta| - \sigma_y^0 \qquad [II-42]$$

Et la mise à jour du paramètre d'écrouissage cinématique α_{c_n}s'effectue par :

$$\alpha_{c_{n+1}} = \alpha_{c_n} + sign(eta) \cdot M_t \cdot \Delta\varepsilon_p \qquad [II-43]$$

Afin de valider les modèles, des programmes numériques seront développés sous programmation Python. Ceux-ci pourront être utilisés pour simuler différents cas de chargement (traction, compression, cyclique), et serviront également à intégrer à terme les effets de transformation de phase. Les résultats issus de ces simulations sont présentés dans le **chapitre 4**

4.2. Implémentation d'une Vumat sur Abaqus 2024

4.2.1. Présentation d'une Vumat sur Abaqus

La sous-routine VUMAT (User Material Subroutine) est une sous-routine de matériau utilisée dans les simulations par éléments finis, permettant de modéliser le comportement mécanique complexe des matériaux. Elle prend en compte des variables telles que la déformation, la contrainte, la température ou encore le taux de déformation et les éventuelles transformations de phase.

Écrite en langage de programmation (généralement Fortran) spécifique au logiciel utilisé (par exemple Abaqus, Ansys, ou LS-Dyna), la VUMAT est conçue pour représenter des lois de comportement matériaux non disponibles dans les bibliothèques standards des logiciels. Elle est particulièrement utile pour simuler des matériaux avancés, des comportements non linéaires, ou encore des phénomènes couplés. Plus de détails sur le développement des VUMAT peuvent être trouvés dans les travaux de Pantalé et Ming (Ming & Pantalé, 2018b), dans les archives du Massachusetts Institute of Technology (MIT) ou encore dans la documentation d'Abaqus (Dassault Systèmes, 2017).

Dans cette optique, plusieurs sous-routines VUMAT ont été utilisées, d'une part pour l'implémentation de la loi élasto-viscoplastique adaptée aux aciers inoxydables, et d'autre part pour intégrer le phénomène de transformation de phase pendant les simulations.

4.2.2. Implémentation d'une VUMAT sur Abaqus

Après avoir formulé les équations du retour radial en écrouissage isotrope, il est nécessaire de les résoudre. La correction plastique impose de calculer le multiplicateur plastique incrémental Γ_{mp}, ce qui revient à résoudre une équation non linéaire :

$$f(\Gamma_{mp}) = \bar{\sigma}^{tr} - \sqrt{6}\,G\,\Gamma_{mp} - \sigma_y\left(\bar{\varepsilon_p}^{\,0} + \sqrt{\frac{2}{3}}\,\Gamma_{mp},\, \dot{\bar{\varepsilon}}_p,\, T^0 + \frac{\eta_{TQ}}{2\rho C_p}\sqrt{\frac{2}{3}}\left[{\sigma_y}^0 + {\sigma_y}^1\right]\Gamma_{mp}\right) = 0 \quad [II-44]$$

Les méthodes de résolution d'équations comme la dichotomie (ou bissection) ou la méthode de Newton-Raphson sont fréquemment utilisées pour résoudre ce type d'équation. Par exemple, la méthode de Newton-Raphson, une méthode itérative bien connue pour résoudre des équations non linéaires est particulièrement appréciée pour sa simplicité de mise en œuvre et son taux de convergence élevé, en particulier lorsqu'une bonne estimation initiale est disponible. Cette méthode repose sur le développement en série de Taylor de la fonction $f(x)$ autour d'une approximation x, ce qui conduit à l'itération suivante :

$$\Gamma_{mp}^{i+1} = \Gamma_{mp}^{i} - \frac{f(\Gamma_{mp}^{i})}{f'(\Gamma_{mp}^{i})} \quad [II-45]$$

L'algorithme continue tant que la différence entre deux itérations successives reste supérieure à une tolérance donnée $\varepsilon_{\mathrm{NR}}$, soit :

$$\left|\Gamma_{mp}^{i+1} - \Gamma_{mp}^{i}\right| \leq \varepsilon_{\mathrm{NR}} \qquad [II - 46]$$

Cependant, cette méthode nécessite la dérivée de la fonction $f(x)$, ce qui peut constituer une contrainte lorsque cette dernière n'est pas disponible ou difficile à évaluer numériquement. Elle est également sensible au choix de la valeur initiale, ce qui peut affecter sa stabilité ou même provoquer une divergence dans certains cas. Elle est donc particulièrement adaptée pour simuler le comportement des matériaux monophasés. Nous verrons dans le chapitre 4 une autre approche plus adaptée aux comportements des matériaux multiphasés basée sur la détermination des modules de plasticité où de nombreuses fonctions dérivées doivent être déterminées.

4.3. Implémentation de variables utilisateurs sur ColdForm 3D NxT 4.1

Coldform 3D est un logiciel de simulation par éléments finis développé par Transvalor, spécialisé dans la modélisation des procédés de mise en forme à froid et à chaud des métaux. Il est largement utilisé dans l'industrie pour optimiser les opérations de forgeage, d'extrusion et de laminage, en intégrant les lois de comportement spécifiques aux matériaux et aux conditions de procédé.

4.3.1. Concept général

L'implémentation des lois de comportement dans ColdForm se fait différemment que celle proposée dans Abaqus. Deux types de lois constitutives sont généralement distingués : les lois surfaciques, dans lesquelles toutes les grandeurs sont définies à la surface de la pièce, notamment au niveau des zones de contact avec l'outillage, et les lois volumiques, où ces grandeurs sont considérées dans le volume du matériau.

Chaque loi implémentée fait intervenir plusieurs types de grandeurs. Les variables d'état, qui représentent des grandeurs évolutives, sont mémorisées d'un incrément à l'autre afin de conserver l'historique du matériau, tandis que les variables dynamiques sont recalculées à chaque incrément et ne sont pas stockées, sauf si leur sauvegarde est explicitement demandée. Toutes les variables, qu'elles soient d'état ou dynamiques, sont définies aux points d'intégration par un nom (limité à 12 caractères), une dimension (scalaire ou vectorielle) et une ou plusieurs valeurs réelles selon la dimension.

Le maillage sur Coldform est généré automatiquement. Il est constitué de tétraèdres non structurés, c'est-à-dire sans motif régulier, et s'adapte librement à la forme de la pièce. Sa création s'effectue en deux étapes : d'abord un maillage initial réalisé à l'aide d'un algorithme de type Delaunay, puis une amélioration topologique avec le mailleur MTC 3D afin d'optimiser la taille et la qualité des éléments. Plusieurs outils permettent également d'affiner localement le maillage si nécessaire et d'évaluer sa qualité.

4.3.2. Méthode et déroulement d'un calcul sur Coldform

Dans Coldform, le pas de temps Δt est calculé automatiquement à chaque incrément en fonction de la taille de maille minimale et de la vitesse de déformation maximale dans la pièce, afin de satisfaire les critères de stabilité numérique et d'assurer la convergence du calcul.

Durant le calcul d'un incrément, plusieurs lois sont sollicitées successivement. La **Figure II-14** illustre le déroulement global du processus associé à l'évaluation d'un incrément.

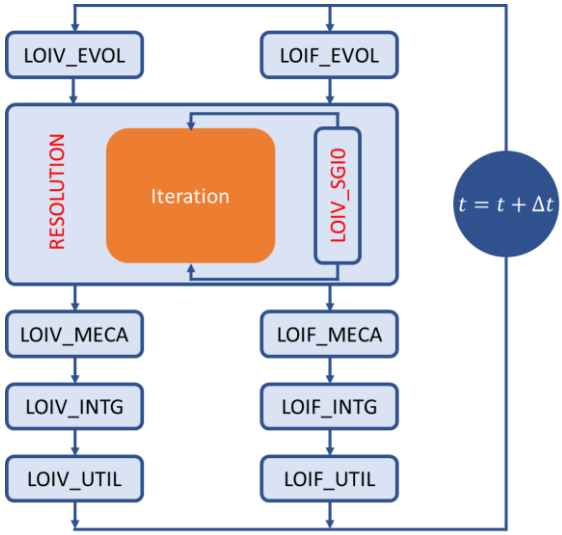

Figure II-14: Représentation sous forme de GRAFCET des différentes étapes du calcul d'un incrément dans ColdForm

Le calcul dans ColdForm commence par la réinitialisation des variables dynamiques. Celles-ci sont placées à leur valeur par défaut ou à la valeur spécifiée par l'utilisateur dans le fichier. UVF (fichier de calcul contenant toutes les variables utilisateurs).

Une fois les paramètres réinitialisés, les lois utilisateurs de type LOIV_EVOL sont calculées. Elles permettent l'évolution des paramètres rhéologiques définis en volume, généralement considérés comme constants, en fonction de variables définies par l'utilisateur.

Le transfert des données du volume vers la surface est ensuite effectué. Les variables dynamiques surfaciques portant le même nom que celles définies dans le volume sont réinitialisées à partir de la valeur moyenne de la variable volumique (qu'elle soit dynamique ou d'état) dans l'élément situé sous la face extérieure correspondante. Ce transfert ne s'applique pas aux paramètres ni aux variables d'état définies en surface.

En parallèle, le calcul des lois de type LOIF_EVOL est réalisé. Elles permettent de calculer la tribologie et les conditions d'échanges thermiques définies à la surface comme la variation du coefficient de frottement en fonction de la température.

La résolution des équations mécaniques est alors engagée, permettant de déterminer le champ de vitesse et de pression en tenant compte de la rhéologie du matériau et du type de frottement modélisé.

C'est à ce moment qu'il est possible de mettre une action au moyen de lois utilisateurs de type LOIV_SIG0 ou LOIV_RHEO en fonction du modèle.

Une actualisation des variables dynamiques et des variables d'état internes au logiciel FORGE® est ensuite effectuée, afin de mettre à jour les grandeurs par défaut intégrées dans le code, comme le champ des déformations.

Les lois MECA sont ensuite calculées (LOIV_MECA et LOIF_MECA) en prenant en compte les équations constitutives mécaniques et les variables dynamiques définies par l'utilisateur, ainsi que les dérivées associées aux calculs mécaniques.

Les variables dynamiques, telles que les champs de vitesse et de pression, sont ensuite stockées dans les fichiers *(i−1).fg3.

L'équation thermique est ensuite résolue permettant de calculer le champ de température.

Les lois utilisateurs LOIV_INTG et LOIF_INTG sont calculées suivant des lois utilisateurs LOIV_UTIL et LOIF_UTIL permettant le calcul de variables d'état utilisateur.

Le maillage est ensuite actualisé ainsi que la position des outils.

Dans le cas d'une forte déformation, il est nécessaire de remailler les pièces avec le transport automatique de toutes les variables d'état vers le nouveau maillage. Le nouveau maillage ainsi que l'ensemble des variables d'état sont stockés dans le fichier *i.fg3. Une nouvelle itération est à calculer.

4.3.3. Spécificité des lois disponibles dans le logiciel CofdForm

4.3.3.1. Modélisation de la Contrainte d'écoulement LOIV_SIG0

Des lois de comportement déjà implémentés dans le module *LOIV_SIG0* permettent de définir la contrainte d'écoulement plastique en fonction de la vitesse et de la déformation plastique équivalentes, ainsi que de variables issues d'autres lois. L'utilisateur doit aussi fournir les dérivées associées.

$$\sigma_0 = f(\bar{\varepsilon}, \dot{\bar{\varepsilon}}, \dots) \qquad [II-47]$$

Plusieurs équations constitutives sont intégrées telles que Johnson-Cook, Hall-Petch, Norton-Hoff, ou même Zener-Hollomon pour les procédés à chaud.

4.3.3.2. Evolution des paramètres rhéologiques LOIV_EVOL et de frottement LOIF_EVOL

Les lois utilisateurs LOIV_EVOL permettent de faire évoluer certains paramètres rhéologiques, en fonction du temps ou de variables d'état de l'incrément précédent, comme la température ou la déformation plastique. Cela autorise des couplages thermique/mécanique ou métallurgique/mécanique. Les paramètres modifiés doivent être déclarés comme VARIABLE, et deviennent des variables dynamiques volumiques. Par exemple, le module d'Young peut être ajusté en fonction de l'endommagement d'Oyane :

$$E = E_{\text{ini}}\left(1 - \frac{\text{OYANE}}{\text{OYANE}_{\max}}\right) \qquad [II-48]$$

Il n'est pas nécessaire d'activer un critère d'endommagement pour réaliser les calculs. Parmi les critères disponibles, celui d'Oyane est prédéfini dans le logiciel. Il se base sur l'intégration cumulée de la

déformation plastique équivalente pondérée par la triaxialité des contraintes. Il est calculé à partir de la contrainte équivalente de Von Mises, de la vitesse de déformation et de la pression hydrostatique.

Les lois utilisateurs de la routine LOIF_EVOL permettent de faire évoluer des paramètres définis en surface, comme le coefficient de frottement ou les paramètres d'échange thermique, en fonction de variables telles que la température ou la contrainte normale. Le fonctionnement est similaire aux LOIV-EVOL, les variables sont créées sous forme de variables dynamiques surfaciques.

4.3.3.3. Evolution des paramètres mécaniques après calcul en volume LOIV_MECA et en surface LOIF_MECA

Les lois utilisateurs LOIV_MECA permettent de calculer, en post-traitement, des grandeurs mécaniques à partir des résultats numériques existants, telles que les composantes principales du tenseur des contraintes ou les composantes du tenseur de déformation en coordonnées cylindriques. Ces lois ne permettent pas la création de variables d'état, la variable créée étant une variable dynamique volumique.

Les lois utilisateurs LOIF_MECA permettent de calculer en post-traitement des grandeurs mécaniques à partir des résultats numériques obtenus à la surface. Il est parfois nécessaire d'utiliser la loi TRANSFERTVOLSFC afin de transférer en surface le tenseur des contraintes calculé en volume.

4.3.3.4. Création de variables d'état utilisateur en volume LOIV_UTIL et en surface LOIF_UTIL

Les lois utilisateurs définies dans la routine LOIV_UTIL permettent de calculer des variables d'état telles que des critères de rupture ou la dureté. Ces variables d'état sont définies soit par une fonction explicite des paramètres $O = f(p_1, p_2, \dots, p_m)$ soit par dérivée partielle en fonction de ces paramètres $\frac{dO}{dt} = f(p_1, p_2, \dots, p_m)$. Les lois LOIV_UTIL ne permettent pas la création de variables dynamiques.

Les lois utilisateurs LOIF_UTIL quant à elles permettent de calculer des variables d'état surfaciques, telles que le temps de contact ou l'usure.

4.3.3.5. Création de variables d'état utilisateur en volume LOIV_INTG et en surface LOIF_INTG

Les lois utilisateurs implémentées dans LOIV_INTG permettent de calculer des variables d'état définies soit par une fonction explicit $O = f(p_1, p_2, \dots, p_m)$ soit par une équation de transport intégrée sur chaque pas de temps $O^{(1)} = f\left(O^{(0)}, \Delta t, p_1^{(0)}, p_2^{(0)}, \dots, p_m^{(0)}, p_1^{(1)}, p_2^{(1)}, \dots, p_m^{(1)}\right)$ avec $O^{(0)}$, $O^{(1)}$la valeur initiale et la valeur finale de l'incrément et $p_i^{(0)}, p_i^{(1)}$les valeurs des paramètres de début et de fin d'incrément. Les variables d'état volumiques de type I peuvent être traitées indifféremment par une loi de type **LOIV_UTIL** ou **LOIV_INTG**. La variable créée est toujours volumique.

Le principe est le même pour les lois LOIF_INTG**.** La différence réside uniquement dans le fait que ces grandeurs sont définies en surface

4.3.3.6. Modélisation de la rhéologie LOIV_RHEO

Les lois LOIV_RHEO permettent de calculer le tenseur des contraintes de Cauchy à partir du gradient du champ de vitesse, et éventuellement du pas de temps. Les rhéologies autorisées sont limitées à celles dont le module tangent (c'est-à-dire la dérivée tensorielle des contraintes par rapport au taux de déformation) peut être symétrisé, afin d'assurer la convergence de l'algorithme de Newton-Raphson.

Les équations reliant le tenseur des contraintes au gradient des vitesses doivent pouvoir être décomposées en une partie tensorielle déviatorique et une partie scalaire sphérique. Ce type de loi peut intégrer à la fois des paramètres, des variables dynamiques et des variables d'état.

4.3.3.7. Modélisation de l'usure des Outils

L'usure des outils a été modélisée dans ColdForm à l'aide de la loi d'usure d'Archard modifiée (Archard, 1953) pour être plus adaptée dans la modélisation de procédés de fabrication (Behrens et al., 2021). Cette loi repose sur le principe que l'usure volumique est proportionnelle à la pression de contact, à la distance de glissement et inversement proportionnelle à la dureté du matériau de l'outil.

$$W = K_a \cdot \frac{P \cdot v_g \cdot t_c}{H_t} \qquad [II - 49]$$

Avec :
W est la profondeur d'usure (ou le volume usé par unité de surface),
K_a est un coefficient empirique d'usure (sans dimension), compris entre 10^{-2} et 10^{-4} pour un frottement sec et de 10^{-5} à 10^{-6} pour un frottement lubrifié.
P est la pression de contact locale,
v_g est la vitesse de glissement relative entre la pièce et l'outil,
t_c est le temps de contact,
H_t est la dureté de l'outil.

5. Conclusion du chapitre II

Ce chapitre a présenté de manière détaillée les matériaux, équipements et méthodes expérimentales utilisés pour l'étude du comportement mécanique et microstructural des aciers inoxydables austénitiques 304L, 316L et 302HQ. Les protocoles de préparation métallographique, d'essais mécaniques (traction, compression, laminage) et de caractérisation (MEB, EDS, EBSD, diffraction des rayons X) ont été décrits afin de garantir la reproductibilité et la fiabilité des résultats obtenus. L'importance de contrôler les conditions expérimentales, notamment la température et la vitesse de déformation, a été soulignée. L'ensemble de ces paramètres influence fortement la stabilité de l'austénite et la cinétique de transformation martensitique.

La présentation des méthodes d'implémentation des modèles constitutifs dans des codes de calcul par éléments finis a ensuite été faite pour les codes Abaqus Explicit via une VUMAT, ainsi que sur ColdForm. L'objectif est de simuler de manière réaliste les effets de la plasticité, de la vitesse de déformation, de la température et de la transformation de phase.

L'intégration des lois de comportement développées permettra de relier directement les observations expérimentales aux simulations numériques, permettant ainsi une double validation des données et une optimisation des procédés dans le contexte industriel.

Ainsi, ce chapitre constitue la base méthodologique nécessaire pour les analyses et développements présentés dans le **Chapitre 4** : Simulations numériques, permettant une comparaison entre l'approche expérimentale du **Chapitre 3** et l'approche numérique.

Chapitre III :

Résultats Expérimentaux

Ce chapitre a pour objectif de caractériser le comportement mécanique et la microstructure des trois nuances d'acier inoxydables étudiées. Les résultats obtenus en traction, compression et laminage permettent d'identifier les mécanismes de déformations mais également la cinétique de transformation de la phase austénitique en la phase martensitique induite par la déformation. Les variétés d'essais effectuées à plusieurs températures, et à plusieurs vitesses permettent de montrer l'influence de la température, de la vitesse de déformation et de l'état de contrainte sur la transformation de phase.

Ce chapitre met également en évidence l'influence du cuivre sur la stabilité de l'austénite et sur les propriétés mécaniques globales.

1. Caractérisation du comportement mécanique des trois nuances

1.1. Influence de la composition chimique en traction

Le diagramme de Schaeffler **(Figure I-3, Chapitre 1)** a montré que la composition chimique est l'un des paramètres influençant la stabilité de la phase austénitique des trois nuances étudiées (304L, 316L et 302HQ). Des essais de traction **(Figure III-1)** ont été réalisés à une vitesse de déformation de 5×10^{-4} s^{-1} afin d'étudier la dépendance du comportement mécanique à la composition.

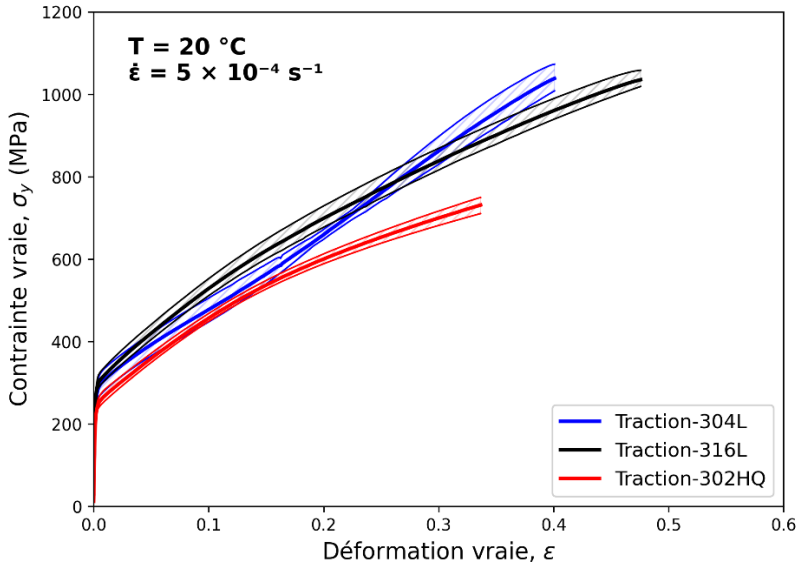

Figure III-1: Comparatif des essais de traction sur les fils à l'état de réception de diamètre 5,5mm sur les nuances 304L, 316L et 302HQ à 5x10^-4 s-1 et 20 °C.

Comme le montre la **Figure III-1**, le comportement mécanique, en termes de limite d'élasticité et d'écrouissage (exprimé en contrainte vraie–déformation vraie), est similaire pour les aciers 304L et 316L. En revanche, le 302HQ présente une limite d'élasticité et une pente de la courbe contrainte–déformation plastique légèrement inférieures. Li et ses collègues (B. Li et al., 2023) ont attribué l'amélioration des caractéristiques mécaniques du 316L à la présence de particules de carbures de molybdène (MoC_x), avec une résistance mécanique de 597 MPa à 15 % de déformation, contre 556 MPa pour le 304L. Au-delà de 15 %, les contraintes deviennent supérieures pour le 304L. Ce point sera analysé dans la section suivante. Les courbes du 316L et du 302HQ sont presque parallèles, avec une augmentation progressive et régulière de l'écrouissage. Les valeurs de contrainte plus faibles du 302HQ ont été attribuées à l'ajout de cuivre, un élément qui améliore la formabilité (Gonzalez et al., 2003b). L'allongement du 302HQ diffère également : le 304L et le 316L présentent un allongement similaire, tandis que le 302HQ ne dépasse pas 40 % de déformation vraie avant striction.

La **Figure III-1** montre une forte augmentation de la contrainte pour le 304L à partir de 10 % de déformation vraie, ce qui fait passer progressivement sa résistance mécanique au-dessus de celle du 316L. Ce changement de pente se traduit par une variation du taux d'écrouissage lors de l'essai de traction. Afin de mieux observer ce phénomène pour le 304L, la dérivée de la contrainte par rapport à la déformation a été tracée, en comparaison avec le 302HQ et le 316L **(Figure III-2)**.

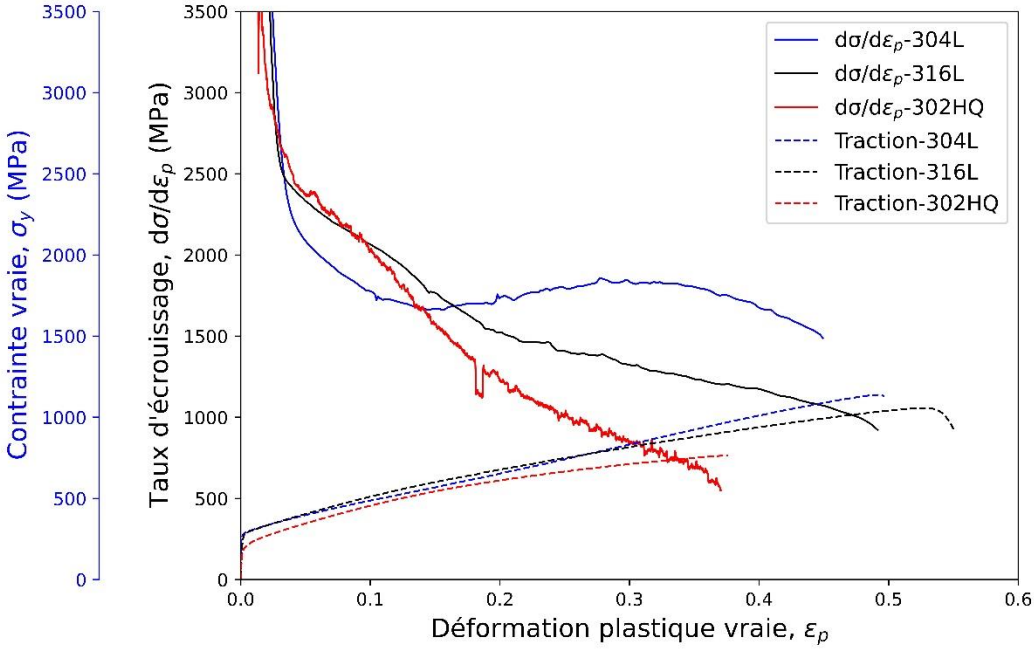

Figure III-2: Comparatif des taux d'écrouissage pour les trois nuances étudiées sur des essais de traction réalisés à 5x10^{-4} s^{-1} et 20 °C.

Les aciers 316L et 302HQ présentent un comportement mécanique typique des aciers inoxydables austénitiques stables. La contrainte d'écoulement augmente progressivement avec la déformation plastique, et le taux d'écrouissage diminue de manière continue. En revanche, le 304L montre une évolution singulière : la variation de son taux d'écrouissage diffère clairement de celle des deux autres nuances. Un point d'inflexion est visible à partir de 10 % de déformation plastique vraie. L'analyse microstructurale, présentée plus loin dans ce chapitre, démontre que ce point correspond à une évolution microstructurale. Concernant le 316L et le 302HQ, aucune inflexion n'est visible, indiquant que, s'il y a une évolution microstructurale, celle-ci est négligeable.

Un autre point important à souligner est le croisement des courbes de traction avec leurs dérivées pour le 302HQ et le 316L. Ces croisements montrent que la déformation reste homogène jusqu'à $\varepsilon_{\mathrm{p}} \approx 0{,}34$ pour le 302HQ et $\varepsilon_{\mathrm{p}} \approx 0{,}49$ pour le 316L, satisfaisant ainsi le critère de Considère (Meyers & Chawla, 2009) au point de striction. En revanche, pour le 304L, aucun croisement n'est observé, même jusqu'à la déformation de striction. Cela s'explique par la présence d'un écrouissage important induit par l'évolution microstructurale comme il était suggéré par le diagramme de Schaefler. Cette évolution, visible dès 10 % de déformation, provoque une augmentation rapide et soutenue du taux d'écrouissage, qui reste supérieur à la contrainte appliquée sur toute la gamme de déformation considérée, c'est-à-dire avant striction

Cette évolution microstructurale renforce le matériau plus vite qu'il ne s'affaiblit par instabilité plastique. Ce phénomène retarde suffisamment l'apparition du point d'instabilité pour qu'il ne survienne pas avant la rupture, traduisant une grande capacité de durcissement, comme démontré par les travaux de Fahr et Sohrabi (Fahr, 1971; Sohrabi et al., 2020).

1.2 Influence de la vitesse de déformation et de la température en traction

Plusieurs vitesses de déformation, allant de 10^{-1} à 10^{-5} s^{-1}, ainsi qu'une gamme de températures comprise entre 20 °C et 200 °C, ont été testées pour les trois nuances.

1.2.1 Influence de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique de l'acier inoxydable austénitique 316L lors d'une sollicitation en traction uniaxiale

Les résultats des essais de traction réalisés sur le 316L à la température ambiante pour différentes vitesses de déformation sont présentés en **Figure III-3a**, tandis que l'effet de la température sur les courbes contrainte vraie–déformation vraie est illustré en **Figure III-3b** pour des essais menés à une vitesse de déformation de 5×10^{-4} s^{-1}. Les courbes obtenues sont similaires à celles rapportées dans la littérature (Kheiri et al., 2019; Samuel et al., 1991; Xu et al., 2018).

Les essais de traction réalisés à différentes vitesses de déformation **(Figure III-3a)** montrent une faible sensibilité de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. La variation de la contrainte vraie est très faible : l'ensemble des essais se situe entre 495 MPa et 551 à une déformation $\varepsilon_p = 0{,}1$. Lorsque la vitesse augmente, la contrainte du 316L augmente également jusqu'à environ 30 % de déformation plastique vraie. Un croisement est ensuite visible aux grandes déformations. La déformation à striction diminue également avec l'augmentation de la vitesse de déformation.

Lorsque la température augmente **(Figure III-3b)**, une diminution systématique de la contrainte vraie est observée dès 50 °C. Cet adoucissement se traduit par une diminution progressive de la pente (taux d'écrouissage) avec l'augmentation de la température. Les similitudes entre les courbes à 100 °C, 150 °C et 200 °C résultent d'un régime stable d'adoucissement thermique. Globalement, il n'y a que très peu de différences au niveau des contraintes à déformations équivalentes.

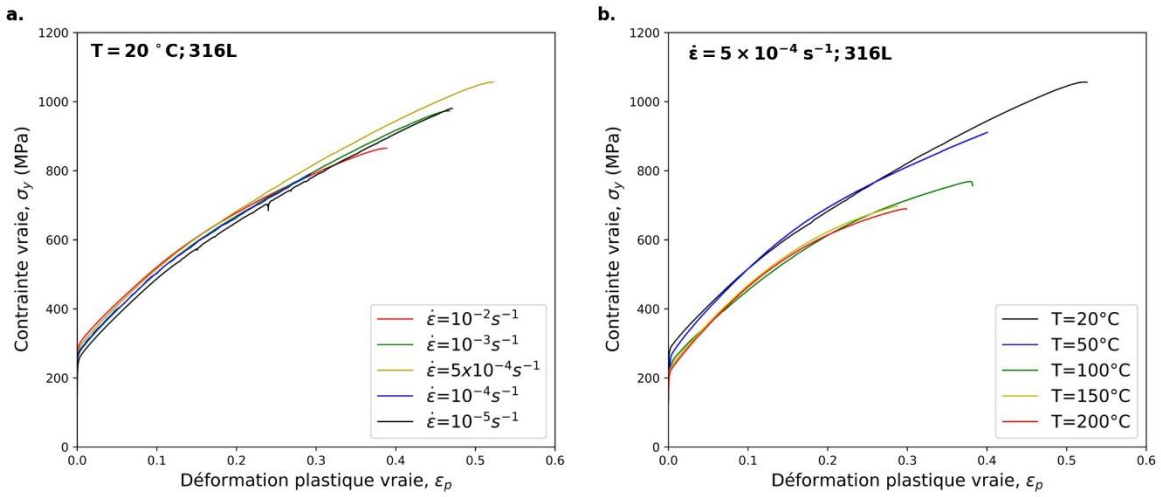

Figure III-3: a. Essai de traction sur le 316L réalisé à $T = 20\ °C$ et à différentes vitesses de déformation b. $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et différentes températures.

La **Figure III-4a** montre l'évolution de la contrainte vraie pour une valeur de déformation plastique vraie donnée en fonction de la vitesse de déformation. De manière générale, celle-ci tend à augmenter avec la vitesse. Cela se confirme par la sensibilité à la vitesse de déformation, $SRS = \frac{\partial ln(\sigma)}{\partial ln(\dot{\varepsilon})}$, qui diminue en passant de 0,009 pour une pour une déformation plastique de 0,1, à 0,002 pour une déformation plastique égale à 0,3. Ce paramètre, traditionnellement noté *m*, sera désigné par SRS (Strain Rate Sensitivity) dans ce document afin d'éviter toute confusion avec un paramètre de la loi de Johnson-Cook utilisé dans le **Chapitre 4**. Cependant, l'augmentation de la vitesse s'accompagne d'une diminution du coefficient d'écrouissage, n (défini comme l'exposant dans la relation $\sigma = k.{\varepsilon_p}^n$) **(Figure III-4b)**.

Les courbes de comportement mécanique du 316L obtenues à plusieurs températures **(Figure III-4c)** ne montrent aucune inflexion. Les courbes sont proches et ordonnées, indiquant un adoucissement thermique stable. Les limites d'élasticité et les coefficients d'écrouissage tendent également à diminuer linéairement avec l'augmentation de la température **(Figure III-4d)**.

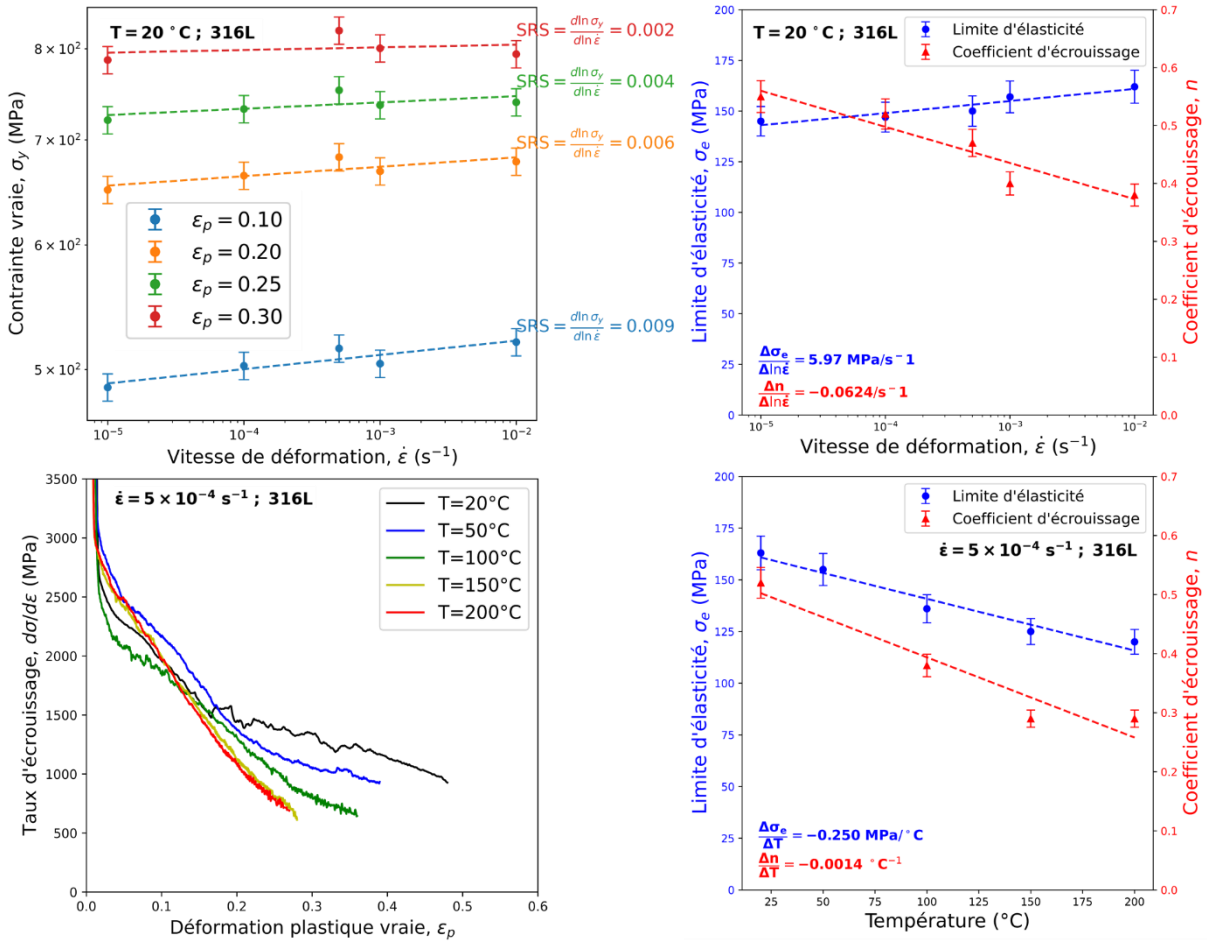

Figure III-4: Evolution de a. la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation suivant plusieurs niveaux de déformation plastique, b. de la limite d'élasticité et du coefficient d'écrouissage par rapport à la vitesse de déformation c. du taux d'écrouissage par rapport à la déformation plastique vraie pour plusieurs températures d.de la limite d'élasticité et du coefficient d'écrouissage pour plusieurs températures sur le 316L.

1.2.2. Influence du cuivre sur la vitesse de déformation et la température sur le comportement de l'acier inoxydable austénitique 302HQ lors d'une sollicitation en traction uniaxiale

Des essais de traction ont été réalisés sur la nuance 302HQ dans la même gamme de vitesses de déformation et la même plage de température **(Figure III-5)**. Le comportement général suit la tendance observée pour le 316L **(Figure III-3)**. Cependant, à niveau de déformation égale, la contrainte vraie du 302HQ est inférieure à celle du 316L.

L'effet de la vitesse de déformation sur le 302HQ **(Figure III-5a)** est similaire à celui observé pour le 316L.Plus la vitesse est élevée, plus la contrainte est élevée. Cependant, la déformation à striction est plus faible (de l'ordre de 40 % pour le 302HQ, contre 50 % pour le 316L). La sensibilité à la vitesse de déformation est légèrement supérieure à celle du 316L. À déformation égale $\varepsilon_p = 0{,}1$, la contrainte varie entre 401MPa et 465 MPa sur la même plage de vitesse. Cela se traduit également sur la **Figure III-6a**, montrant le paramètre de sensibilité à la vitesse (SRS), environ égal à 0,008 pour tous les niveaux de déformation. Concernant les limites d'élasticité et les coefficients d'écrouissage **(Figure III-6b)**, le constat est le même que pour le 316L, c'est à dire une légère augmentation de la limite d'élasticité lorsque la vitesse de déformation augmente, accompagnée d'une décroissance du taux d'écrouissage avec des valeurs plus faibles (par exemple, 120 MPa pour le 302HQ contre 150 MPa pour le 316L à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$).

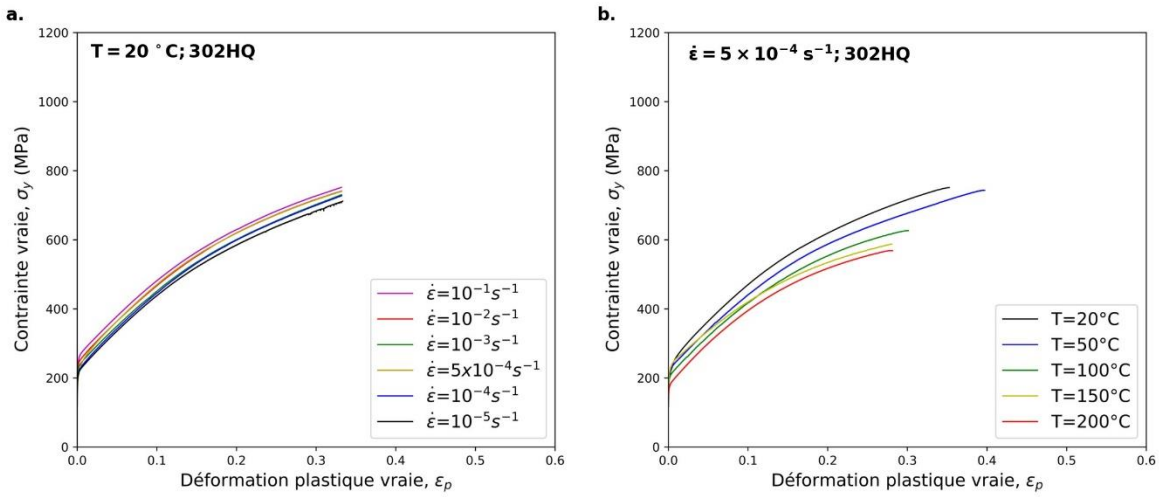

Figure III-5: a. Essai de traction sur le 302HQ réalisé à 20 °C et différentes vitesses de déformation b. 5x10^{-4} s^{-1} et différentes températures.

Les courbes contrainte-déformation du 302HQ présentent également quelques différences sur le plan de la stabilité du comportement mécanique en température, rendant ce matériau plus sensible à l'augmentation de la température par rapport au 316L **(Figure III-5b)**. Cela se traduit par un allongement à striction plus faible et une chute plus brutale de la contrainte avec l'augmentation de la température **(Figures III-5b et III-6d)**. Cependant, comme pour le 316L, aucune inflexion n'est visible dans les courbes contrainte-déformation **(Figure III-6c)**, ce qui suggère un comportement global proche de celui du 316L.

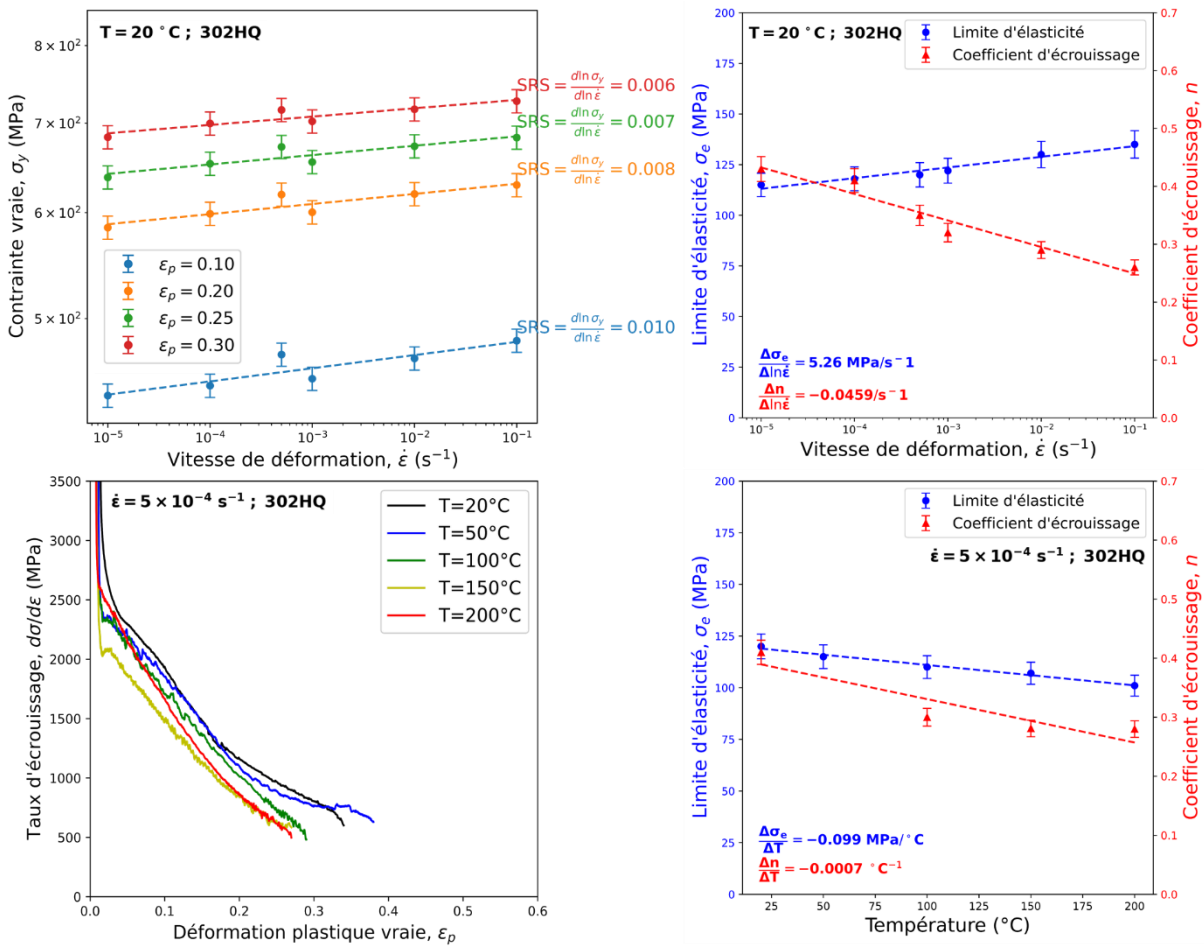

Figure III-6: Évolution de a. la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique, b. de la contrainte élastique et du coefficient d'écrouissage par rapport à la vitesse de déformation c. du taux d'écrouissage par rapport à la déformation plastique vraie pour plusieurs températures d.de la contrainte élastique et du coefficient d'écrouissage pour plusieurs températures sur le 302HQ.

1.2.3. Influence de la vitesse de déformation et de la température sur le comportement mécanique de l'acier inoxydable austénitique 304L lors d'une sollicitation en traction uniaxiale

Les résultats des essais sur le 304L à température ambiante $T = 20\,°C$ pour différentes vitesses de déformation sont présentés en **Figure III-7a**, tandis que l'effet de la température sur les courbes contrainte vraie – déformation vraie plastique est illustré en **Figure III-8a** pour des essais menés à une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$.

1.2.3.1. Essais à 20 °C

La **Figure III-7a** montre qu'aux faibles déformations plastiques, les courbes de contrainte se classent par ordre croissant de vitesse de déformation, la plus grande vitesse donnant les contraintes les plus élevées, tandis que la plus faible vitesse correspond aux contraintes les plus basses. Lorsque la déformation plastique vraie dépasse environ $\varepsilon_p = 0{,}15$, un point d'inflexion apparaît sur les vitesses de déformation inférieures à $\dot{\varepsilon} = 10^{-3}s^{-1}$, puis, à $\varepsilon_p = 0{,}2$ lorsque la vitesse de déformation augmente. Une réduction de l'allongement au point de striction est également visible. Comparativement au 302HQ et au 316L, pour lesquels aucun point d'inflexion n'apparaît, cette sensibilité à la vitesse de déformation est complètement différente. La **Figure III-7b** montre que ce facteur tend à diminuer avec l'augmentation de la vitesse, mais s'inverse pour les forts niveaux de déformation ($\varepsilon_p > 0{,}3$), ce qui pourrait suggérer une évolution microstructurale qui sera montrée dans les paragraphes suivants.

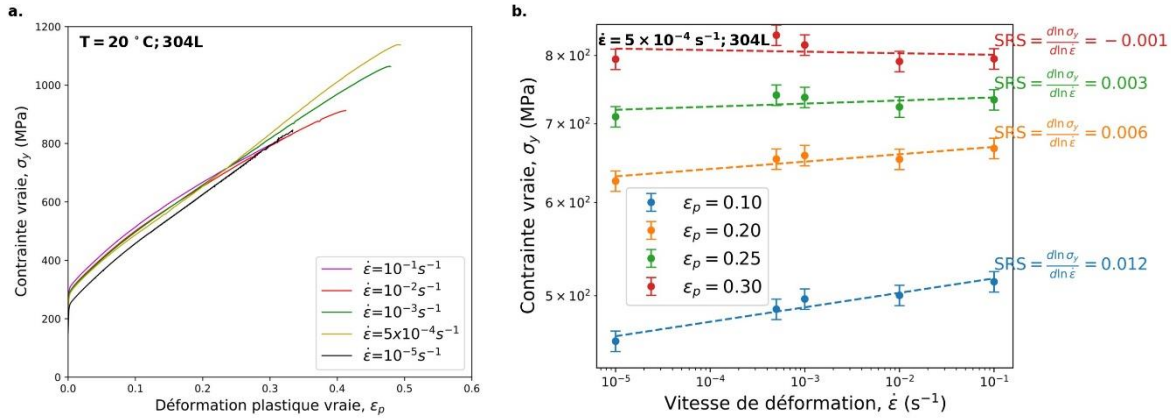

Figure III-7: a. Essai de traction sur le 304L réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique.

Les courbes de la **Figure III-7a** sont en accord avec la dépendance du comportement mécanique de ce type d'acier inoxydable austénitique vis-à-vis de la vitesse de déformation, comme rapporté dans la littérature (Iwamoto et al., 1998, 1998; Lebedev & Kosarchuk, 2000; Marshall, 1984; Qin & Xia, 2020a; Talonen, 2007; Tomita & Iwamoto, 1995).

La réduction de l'allongement à la striction (correspondant au dernier point de la courbe contrainte vraie-déformation vraie) dans les graphes **Figure III-3a-5a-7a**, que ce soit pour le 304L, le 316L ou le 302HQ, est attribuée à la chaleur générée par la déformation mécanique à haute vitesse, qui ne peut être dissipée vers l'environnement extérieur, entraînant ainsi une légère augmentation de température à l'intérieur de l'éprouvette (Serri, 2007). Ce couplage thermomécanique conduit à un taux d'écrouissage modéré et à une contrainte à striction plus faible lorsque la vitesse de déformation augmente. Au début des essais, alors que l'élévation de température reste faible, une sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation peut encore être observée. Toutefois, l'effet de l'échauffement sur l'écrouissage mécanique devient visible sur les courbes de traction lorsque la déformation devient importante à haute vitesse. Cet adoucissement réduit de manière notable l'allongement au point de striction (Astafurov et al., 2019; Xu et al., 2018).

1.2.3.2 Essais à différentes températures entre 20°C et 200°C

Une diminution de la contrainte vraie est observée pour le 304L, comme pour le 302HQ et le 316L, sur l'ensemble de la courbe contrainte–déformation vraie, traduisant une diminution de la résistance mécanique du matériau avec l'élévation de la température. Ce phénomène, appelé adoucissement thermique, s'explique par le fait que l'augmentation de la température facilite le mouvement des dislocations en réduisant la composante thermique de la contrainte d'écoulement. Cela active également des mécanismes comme la montée des dislocations et la restauration dynamique, qui contribuent à réduire la résistance mécanique du matériau.

Concernant le 304L, un comportement sensiblement différent est observé **(Figure III-8a)** dans la gamme de température étudiée (Astafurov et al., 2019; Xu et al., 2018). Un changement de pente est visible à 20 °C et 50 °C, correspondant respectivement à 10 % et 15 % de déformation plastique vraie. À des températures plus élevées ($T = 100\,°C$ à $T = 200\,°C$), aucun point d'inflexion n'est visible. Cela est d'autant plus marqué sur la **Figure III-8b**, où un point d'inflexion est clairement visible pour les essais réalisés à 20 °C et 50 °C. Les courbes à 100 °C, 150 °C et 200 °C sont similaires à celles du 302HQ et du 316L. Cette différence de comportement sera développée dans les paragraphes suivants.

Dans les premiers stades de déformation ($\varepsilon_p < 0{,}1$), le comportement du 304L peut être décrit par une loi de type puissance avec un exposant d'écrouissage quasi constant. Au-delà de 10 %, une diminution marquée de la pente des courbes est observée, traduisant une réduction progressive de la capacité de durcissement. L'écart entre les courbes s'accentue avec la déformation, montrant que l'effet thermique est cumulatif et prédominant aux grandes déformations.

La diminution de la résistance mécanique et de l'écrouissage est identique à celle du 316L et du 302HQ. Cependant, la disparition du point d'inflexion caractéristique observé à $T = 20\,°C$ et $T = 50\,°C$ montre que la phase austénitique est stable à des températures supérieures à 100 °C.

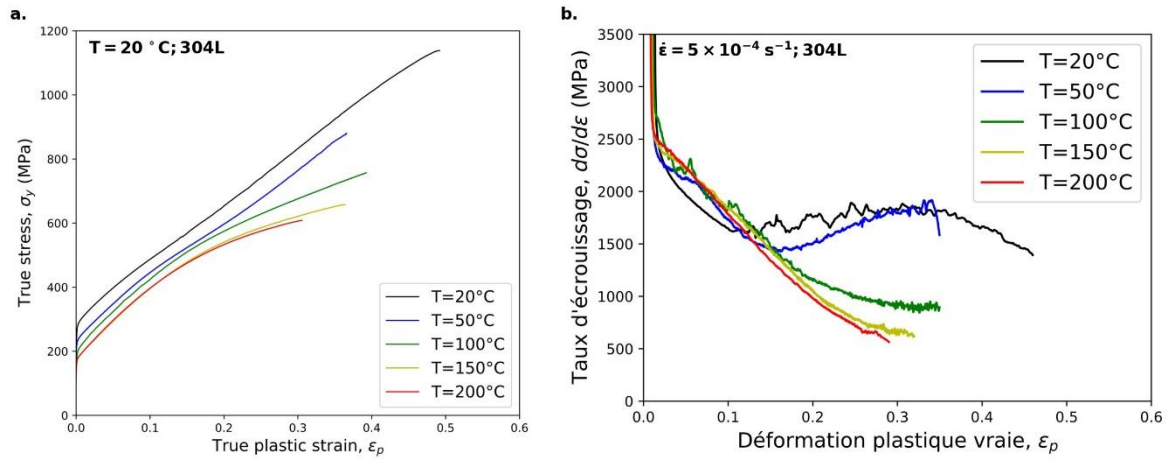

Figure III-8: a. Essai de traction sur le 304L réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique.

1.3 Influence du mode de sollicitation

Comme la littérature l'a montré dans le Chapitre 1, le mode de sollicitation peut influencer l'évolution de la contrainte (Iwamoto et al., 1998; Lebedev & Kosarchuk, 2000; Polatidis et al., 2021). Des essais de compression ont également été réalisés sur les trois nuances dans approximativement la même gamme de vitesse de déformation.

1.3.1 Traction vs Compression

Sur la **Figure III-9a**, un léger écart est observé aux grandes déformations en compression par rapport à la traction pour le 316L, mais les courbes restent globalement proches en termes de limite d'élasticité et de début de déformation plastique. Cela s'explique principalement par la différence de contrainte hydrostatique entre les deux modes de sollicitation. En s'affranchissant des problèmes d'endommagement liés à l'ouverture et la propagation des microfissures, la contrainte hydrostatique de compression tend à favoriser ainsi un écrouissage continu c'est-à-dire un écrouissage progressif et homogène du matériau au cours de la déformation plastique (augmentation régulière de la contrainte avec la déformation plastique, due à l'accumulation des dislocations), permettant d'atteindre des niveaux de contrainte et de déformation supérieurs en compression par rapport à la traction. Kakeshita & Shimizu ont observé ce phénomène sur un alliage Fe-Ni-C par (Kakeshita & Shimizu, 1997)**.**

Pour le 302HQ **(Figure III-9b)**, la sensibilité au mode de sollicitation est plus marquée : à déformation égale, la contrainte est plus élevée en traction qu'en compression, avec une valeur de 405 MPa contre 383 MPa.

Concernant le 304L **(Figure III-9c)**, un écart apparaît vers $\varepsilon_p = 0{,}2$ entre la traction et la compression. Cet écart peut être attribué à une évolution microstructurale induite par la déformation, susceptible d'affecter différemment la réponse mécanique en traction et en compression. Pour une déformation $\varepsilon_p = 0{,}4$, la contrainte mesurée en traction est de 825 MPa, contre 910 MPa en compression, tandis que pour le 316L, les valeurs de contrainte de traction et de compression sont respectivement de 821 MPa et 841 MPa.

La **Figure III-9** montre également la dispersion totale des courbes sur les trois essais réalisés par condition. Les essais sont très proches, illustrant une excellente répétabilité

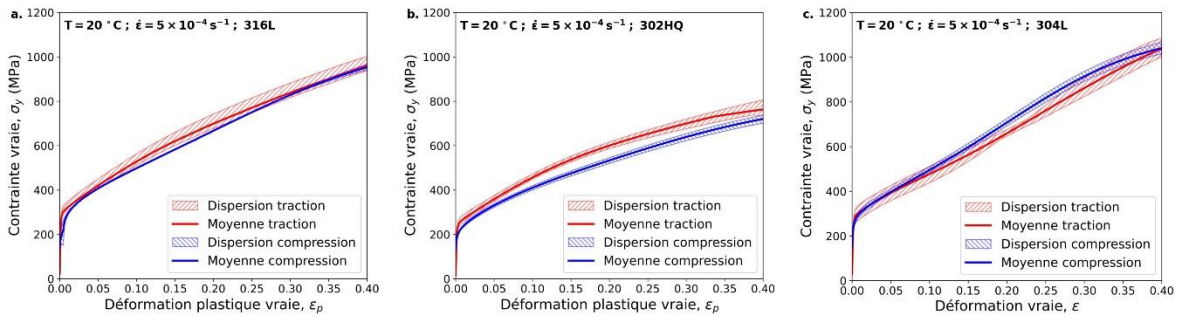

Figure III-9: Comparaison entre les essais de traction et de compression sur les fils bruts.

1.3.2. Effet de la vitesse en compression

1.3.2.1. Etude du 316L en compression

Pour un niveau de déformation plastique $\varepsilon_p = 0{,}1$, le 316L **(Figure III-10a)** montre une sensibilité faible à la vitesse de déformation, tout comme en traction **(Figure III-3a)**, avec un écart de 50 MPa. Le facteur de sensibilité à la vitesse (SRS) est peu différent en fonction de la valeur de la déformation, avec une valeur de 0,009 en traction contre 0,0010 en compression pour une déformation vraie $\varepsilon_p = 0{,}1$, et une valeur de 0,002 en traction contre 0,003 en compression pour une déformation vraie de $\varepsilon_p = 0{,}3$ **(Figure III-10b)**. Cela montre, qu'à température ambiante, il n'y a que peu de dépendance du comportement mécanique avec la vitesse de déformation.

La teneur élevée en molybdène et en nickel stabilise la phase austénitique, comme le prédit le diagramme de Schaeffler (Schaeffler, 1949), à condition que le molybdène ne forme pas de carbures, auquel cas il ne contribue plus à cette stabilité. Cette stabilité limite la formation de la martensite induite par déformation, aussi bien en traction qu'en compression. La contrainte hydrostatique positive contribue également à retarder tout éventuel mécanisme de transformation de phase. Un léger durcissement reste visible sur le matériau, dû à la réduction du temps d'essai, qui ralentit la réorganisation des dislocations, un phénomène connu comme la restauration dynamique.

De manière générale, comparativement aux essais de traction, les essais de compression présentent des contraintes de même ordre de grandeur. L'écart entre les deux modes de sollicitation est faible, probablement en raison de l'absence d'évolution microstructurale et de mécanisme de déformation similaire en traction et compression, ce qui permet d'avoir un comportement similaire dans les deux modes.

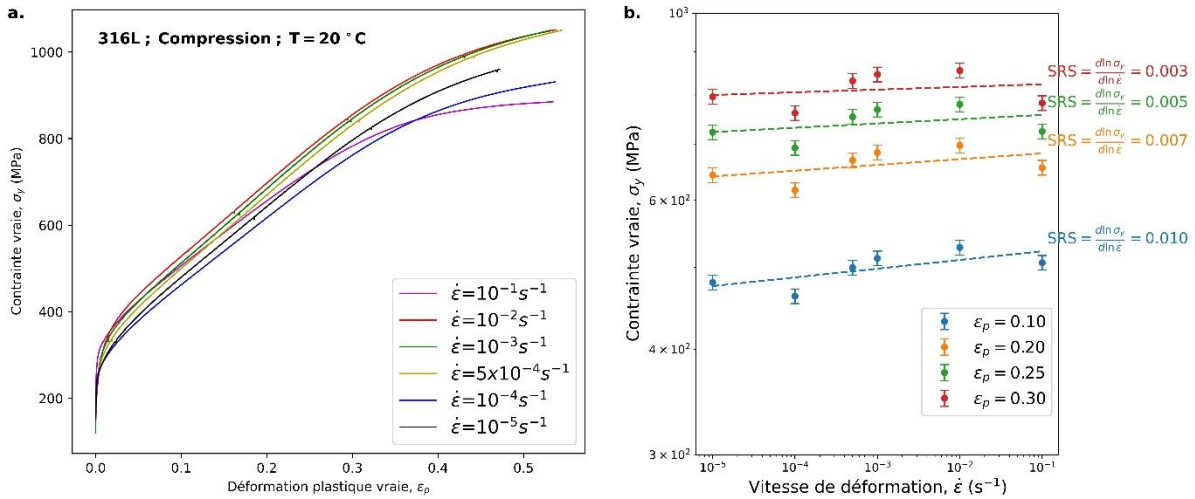

Figure III-10: a. Essai de compression sur le 316L réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique.

1.3.2.2. Etude du 302HQ en compression

Le 302HQ **(Figure III-11a)** présente une sensibilité à la vitesse de déformation très similaire à celle du 316L. Cependant, une légère diminution de la contrainte vraie est visible lorsque la vitesse de déformation augmente pour une vitesse $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}s^{-1}$ et une déformation plastique vraie $\varepsilon_p < 0{,}25$. Pour le reste des essais compris entre $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-5}s^{-1}$ les résultats sont très similaires au 316L avec le niveau des contraintes ordonnées avec la vitesse de déformation. Le taux d'écrouissage reste nettement plus faible que le 316L à déformation plastique vraie équivalente. L'absence de point d'inflexion sur les courbes indique qu'aucune évolution microstructurale significative n'a lieu. La **Figure III-11b** confirme ce propos : aucune inversion n'est visible.

L'ajout de cuivre contribue à stabiliser la phase austénitique et à maintenir un comportement quasi symétrique entre la traction et la compression.

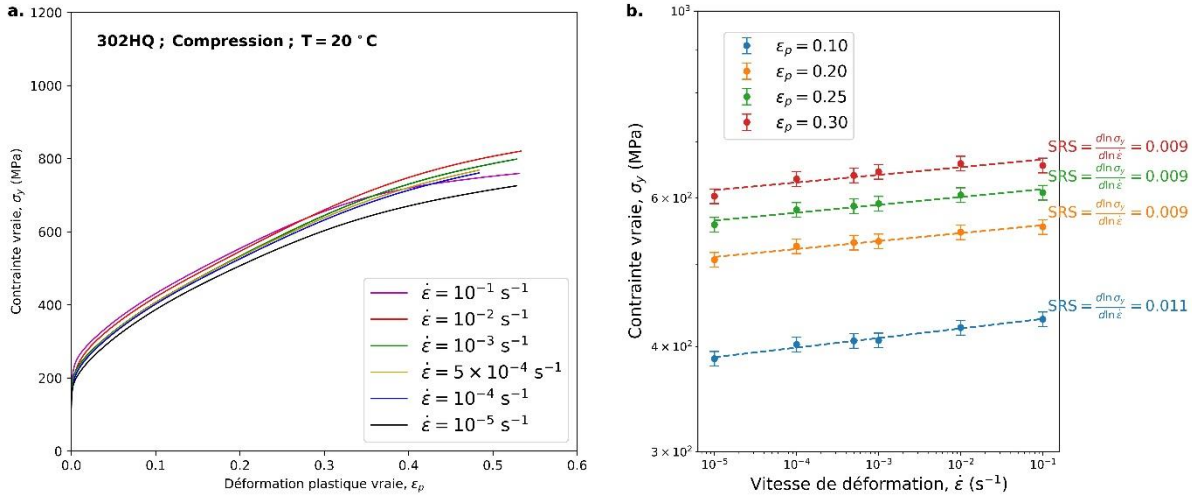

Figure III-11: a. Essai de compression sur le 302HQ réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique.

1.3.2.3. Etude du 304L en compression

Les essais réalisés sur l'acier inoxydable 304L (**Figure III-12a**) montrent une sensibilité à la vitesse de déformation plus marquée qu'en traction. À faibles vitesses, les contraintes restent inférieures à celles obtenues à plus haute vitesse jusqu'à environ $\varepsilon_p = 0{,}2$. Une fois cette limite franchie, les tendances s'inversent. Il est également notable que le point d'inflexion est beaucoup plus marqué en compression qu'en traction et intervient plus tôt en déformation (dès $\varepsilon_p = 0{,}1$ pour les plus basses vitesses). Cela se confirme avec la **Figure III-12b**, montrant que la valeur du facteur de sensibilité à la vitesse de déformation (SRS) s'inverse dès $\varepsilon_p = 0{,}1$ alors qu'il fallait attendre $\varepsilon_p = 0{,}15$ en traction.

À titre de comparaison, la valeur du facteur SRS passe de 0,003 pour le 316L à –0,008 pour le 304L à une déformation de $\varepsilon_p = 0{,}2$. Il est à noter que les courbes correspondant aux vitesses de déformation comprises entre $\dot{\varepsilon} = 10^{-5}s^{-1}$et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$ présentent un comportement similaire lié à la formation de martensite, de sorte que le SRS peut être considéré comme quasi constant dans cette plage.

Enfin, il est intéressant de remarquer que ce point d'inflexion apparaît sur l'ensemble des courbes contrainte-déformation, à l'exception de celle obtenue à $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}s^{-1}$qui sort du domaine quasi statique pour se rapprocher du domaine dynamique, bien que cet effet ne soit pas très visible sur la **Figure III-12a.**

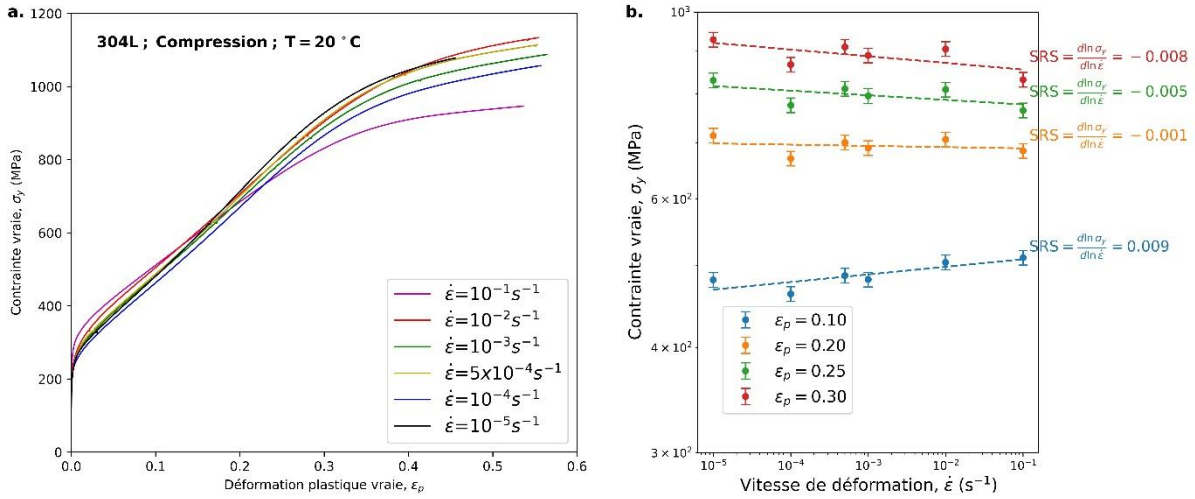

Figure III-12: a. Essai de compression sur le 304L réalisé à 20 °C et b. Évolution de la contrainte d'écoulement par rapport à la vitesse de déformation pour plusieurs niveaux de déformation plastique.

2. Analyse de la microstructure après essais de traction et compression

Ce paragraphe regroupe l'ensemble des cartes EBSD et leurs analyses faites sur les 3 nuances d'acier inoxydable austénitique après essais de traction et de compression. Pour rappel, les fils ont été coupés longitudinalement en deux puis polis, la zone observée correspond au centre de l'échantillon et la microstructure a été regardée suivant la direction de laminage. La direction de sollicitation est toujours horizontale.

2.1. Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 316L lors d'une sollicitation en traction et en compression uniaxiale

L'évolution de la microstructure du 316L a été étudiée afin d'observer l'influence de la composition chimique. Des essais de traction et de compression ont été interrompus, réalisés 20°C à une vitesse $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$, ont été interrompus à différents niveaux de déformation plastique. Des analyses microstructurales ont également été faites sur des essais de traction et compression réalisés à différentes vitesses de déformation, et interrompus à $\varepsilon_p = 0{,}40$.

2.1.1. Mécanismes de déformation du 316L en traction

Plusieurs cartes EBSD ont été réalisées à différentes vitesses et états de déformation. Elles sont disponibles en **Figure III-13** et en **Figure III-15**. Les **Tableaux III-1** et **III-2** résument les valeurs les plus importantes. Quatre grandeurs ont été étudiées sur ces **Figures** et **Tableaux** :

- La proportion de joints CSL, observables sur les cartes en contraste de bandes ; la **Figure III-14** résume la répartition des CSL avec leurs proportion pour 5 niveaux de déformation a savoir le fil machine, $\varepsilon = 0.1$, $\varepsilon = 0.15$, $\varepsilon = 0.2$ et $\varepsilon = 0.4$;
- Les cartes IPF (Figures de Pôles Inverses), révélant l'orientation cristallographique des grains ;
- Les cartes de phases, permettant d'observer la proportion et la morphologie des différentes phases ;
- Les cartes KAM (Kernel Average Misorientation), qui illustrent l'accumulation locale de désorientation associée à la densité de dislocations

Le réseau de sites coïncidents (CSL) est un concept géométrique utilisé pour décrire les joints de grains et les joints de macles dans les matériaux cristallins, où une fraction finie de points du réseau de deux cristaux adjacents coïncident. Cette coïncidence donne lieu à un super-réseau tridimensionnel, le CSL, qui se forme lorsque deux cristaux sont désorientés l'un par rapport à l'autre selon un angle de désorientation spécifique. Le CSL est caractérisé par le nombre sigma (Σ), qui représente la densité réciproque des sites de réseau coïncidents ; plus précisément, Σ est le nombre de points du réseau dans chaque cristal par site coïncident. Des valeurs Σ plus faibles indiquent un degré plus élevé d'appariement des réseaux, et les limites avec des valeurs Σ faibles sont souvent associées à une énergie de limite de grain plus faible en raison d'un meilleur ajustement atomique (Ranganathan, 1966). Les macles dans les matériaux à structure CFC correspondent à Σ3. L'analyse des réseaux de sites coïncidents en fonction du niveau de déformation a donc été utilisée dans ce travail pour interpréter les variations de comportement mécanique en fonction des conditions de sollicitation pour les trois nuances.

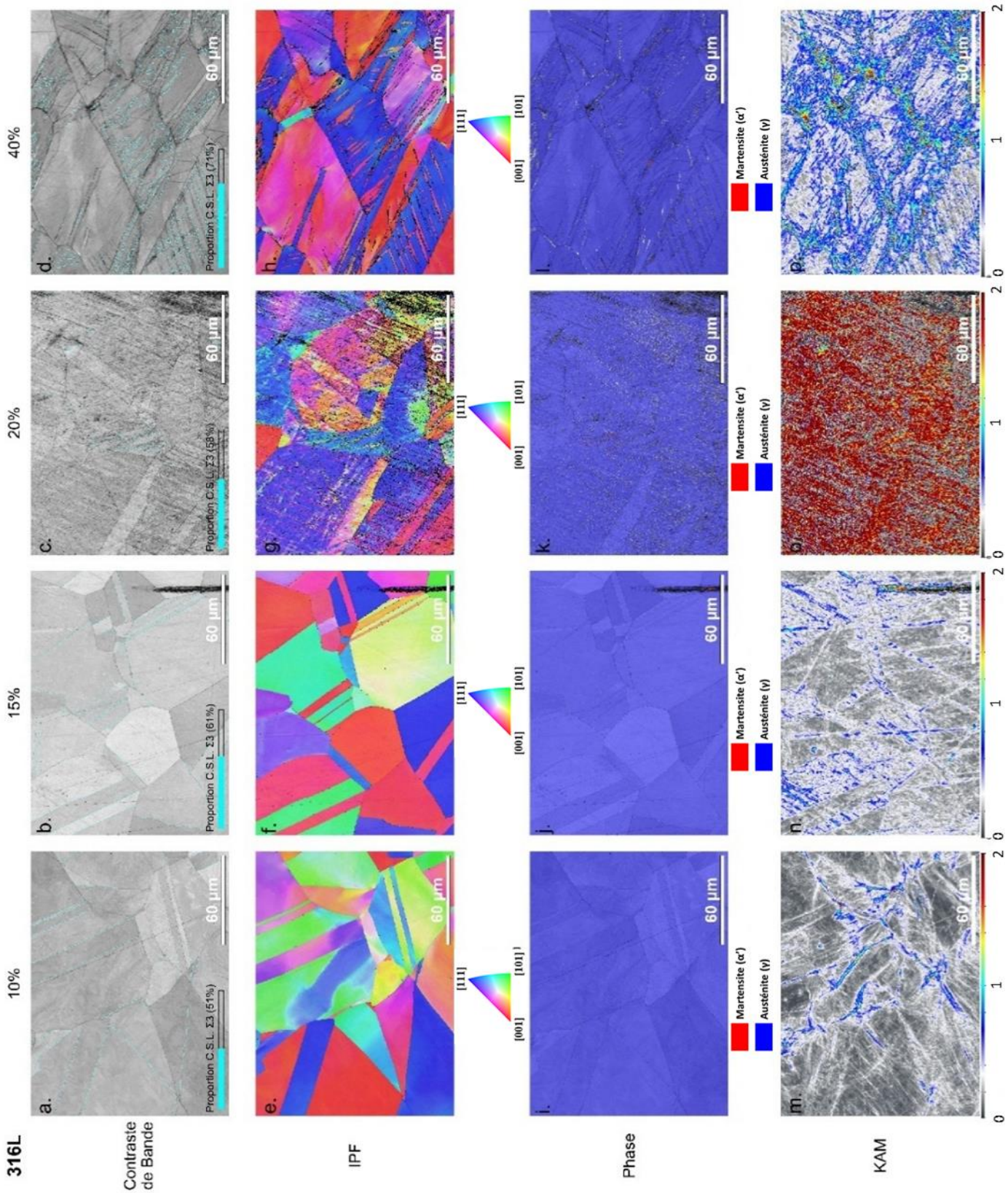

Figure III-13: Cartes EBSD d'évolution microstructurale du 316L en traction à une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$, (a.-d.) Contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-h.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) Contraste de phase, (m.-p.) KAM.

Tableau III-1: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie lors d'un essai de traction sur le 316L à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

316L ; Traction ; 5x10^{-4} s^{-1} ; 20°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL Σ3 (%)	51	61	58	71
Proportion de Phase martensitique (%)	0	0	0	0
Valeur moyenne du KAM	0,23 ±0,18	0,29 ± 0,19	1,45 ± 0,81	0,65 ± 0,37

La **Figure III-14** présente la répartition des joints CSL en fonction du taux de déformation appliqué. Les joints Σ3, associés aux macles, dominent largement la microstructure avec une fraction comprise entre 50 et 70 %. Leur proportion reste globalement stable avec la déformation, traduisant une faible évolution de la population de macles. Les autres types de joints (Σ5, Σ7, Σ9, etc.) demeurent minoritaires, inférieurs à 5 %.

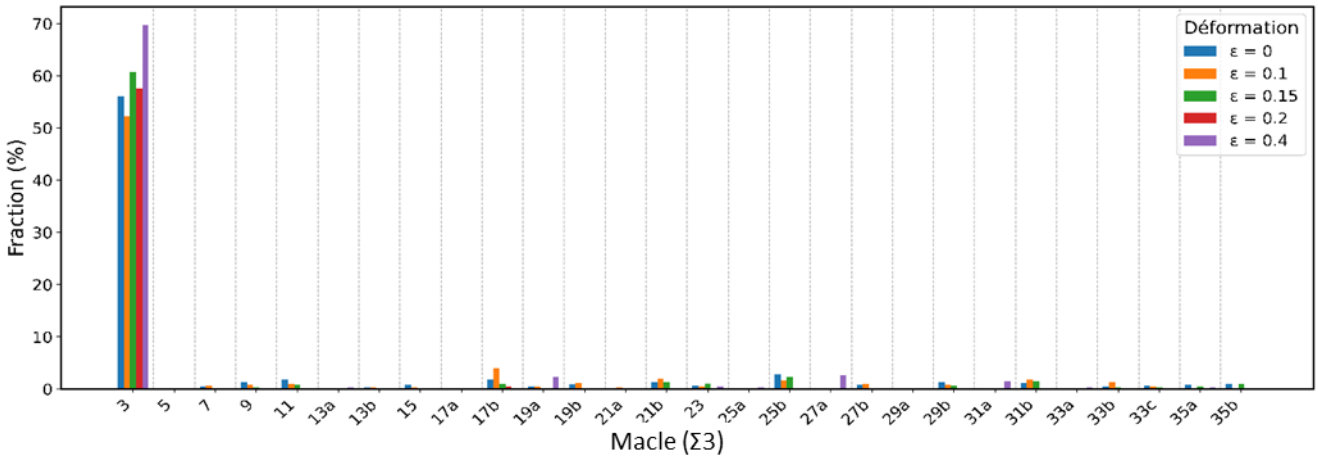

Figure III-14: Résumé des CSL sur 316L subissant un essai de traction monotone à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

Les grains observés présentent une taille de grain moyenne de 45 µm et apparaissent majoritairement équiaxes, avec des macles de recuit à l'état de réception. Lorsque la déformation augmente, un faible allongement des grains est perceptible dans la direction principale, mais des macles sont également visibles. Cela s'explique par la valeur de son énergie de faute d'empilement (SFE), montrant qu'à ce niveau, il y a une compétition entre le maclage et le glissement des dislocations.

Les Figures de pôles inverses (IPF) mettent en évidence une orientation préférentielle selon [111], typique d'un matériau à structure cubique à faces centrées (CFC). Les cartes de phase ne révèlent aucune transformation, quel que soit le niveau de déformation ou de vitesse de déformation.

L'analyse des joints de grains montre la présence d'une fraction significative de joints spéciaux de type Σ3 (macles de recuit), qui présentent une énergie interfaciale plus faible que les joints de haute désorientation. Leur proportion évolue en fonction de la déformation ou de la vitesse de sollicitation **(Tableau III-1).**

Les cartes KAM **(Figure III-13m–p)** montrent une accumulation progressive de désorientations locales et une densité croissante de dislocations à forte déformation, traduisant le rôle du glissement et du maclage dans le mode de déformation du 316L.

Ces observations confirment que la microstructure du 316L, enrichi en éléments γ-gènes, demeure globalement stable sous traction, car aucune phase martensitique n'a été détectée. Même pour une déformation unidirectionnelle, les grains restent globalement équiaxes et conservent une taille constante. Aux niveaux de déformation étudiés, les valeurs moyennes du KAM augmentent progressivement de 0,23 à 1,45 pour $\varepsilon = 0{,}1$ à $\varepsilon = 0{,}2$, puis diminuent à 0,65 pour $\varepsilon = 0{,}4$. Ces variations suggèrent une contribution importante du glissement des dislocations pour $\varepsilon \leq 0{,}2$, puis une contribution du maclage au-delà.

Les Figures IPF indiquent une désorientation de la texture selon [111], plus prononcée aux forts niveaux de déformation. Ces résultats sont cohérents avec ceux de Shen et al. (Shen et al., 2012), qui mentionnent qu'à ε < 0,1, une grande quantité de dislocations est générée, accompagnée de quelques fautes d'empilement, tandis qu'au-delà de $\varepsilon = 0{,}2$ la densité de macles augmente.

Afin de vérifier les résultats au niveau macroscopique, quelques conditions ont été répétés deux fois ce qui a été le cas de la condition de traction $\varepsilon = 0{,}4$ à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ \mathrm{s}^{-1}$ et $\mathrm{T} = 20\ °\mathrm{C}$. Il en retourne que les proportions de CSL Σ3, phase et KAM sont similaires, un écart-type de 8,6% a été calculé.

Des acquisitions EBSD ont été réalisées à différentes vitesses de déformation, allant de $\dot{\varepsilon} = 10^{-5}\ s^{-1}$ à $\dot{\varepsilon} = 10^{-1}\ s^{-1}$ **(Figure III-15)**. Les analyses portent sur les principales grandeurs EBSD, incluant les cartes CSL, IPF, de phases et KAM, toutes présentées pour un taux de déformation imposé de 40 %.

Globalement, la vitesse de déformation **Figure III-15** a peu d'impact sur le comportement mécanique du 316L. La proportion de joints Σ3 reste constante aux alentours de 75–80 %, aucune transformation de phase n'est visible, et la microstructure reste principalement désorientée suivant la direction [111]. Les valeurs élevées du KAM et la proportion de macles Σ3 suggèrent une compétition entre le glissement des dislocations et le maclage, ce qui est cohérent avec une SFE proche de 45 mJ/m², à la limite entre ces deux modes (Schramm & Reed, 1975).

Traction à $5x10^{-4}$ s^{-1} ; 20 °C

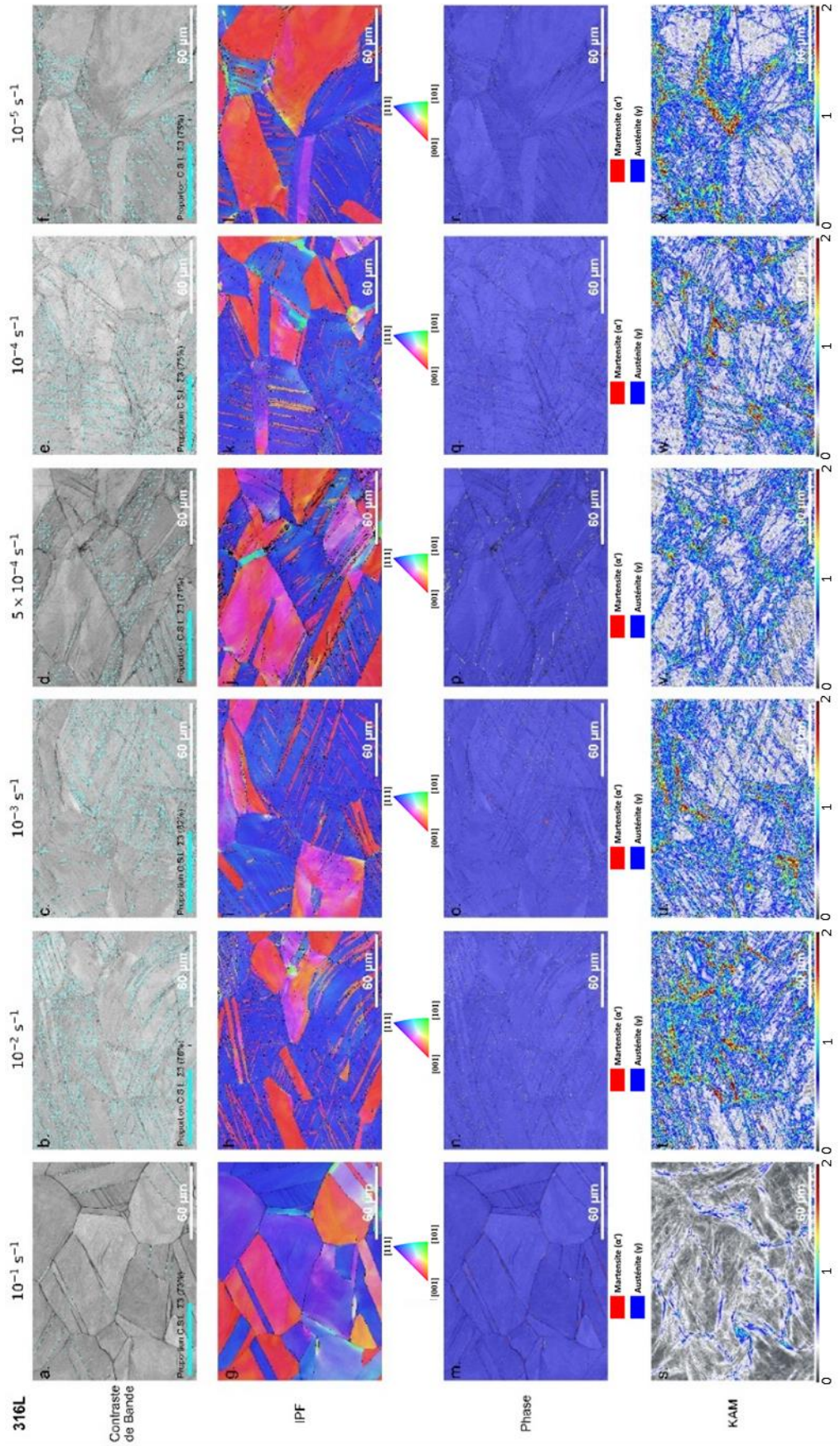

Figure III-15: Effet de la vitesse de déformation sur le 316L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

Tableau III-2: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) lors d'un essai de traction sur le 316L à $\varepsilon_p = 0{,}4$ et $T = 20\,°C$.

316L ; Traction ; 40% ; 20°C	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$	$\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-5}$
Proportion de CSL Σ3 (%)	73	76	82	71	75	75
Proportion de Phase martensitique (%)	0	0	0	0	0	0
Valeur moyenne du KAM	0,63 ± 0,36	0,7 ± 0,48	0,64 ± 0,41	0,65 ± 0,37	0,61 ± 0,43	0,66 ± 0,46

2.1.2. Mécanismes de déformation du 316L en compression

Plusieurs cartographies EBSD ont également été réalisées en compression à différentes vitesses et états de déformation **(Annexe B-3)**. Le **Tableau III-3** présente les valeurs les plus importantes.

Tableau III-3: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (ε_p) lors d'un essai de compression sur le 316L à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\,°C$.

316L ; Compression ; 5x10^{-4} s^{-1} ; 20°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL (%)	37	57	38	35
Proportion de Phase martensitique (%)	0	0	0	0
Valeur moyenne du KAM	0,54 ± 0,31	0,5 ± 0,39	0,77± 0,5	1,12 ± 0,78

Les cartes EBSD en contraste de bande montrent que le 316L conserve une proportion de CSL Σ3 élevée même à forte déformation comme en traction mais plus faible. En traction, le 316L contient encore 71% de CSL contre 35% en compression à $\varepsilon = 0{,}4$. Cela provient certainement du taux d'indexation plus faible à déformation équivalente en compression par rapport à la traction.

La teneur élevée en nickel et en molybdène contribue à stabiliser la phase austénitique (Ahmed et al., 1994; Kobayashi et al., 2012) conférant à la microstructure une stabilité accrue. Les cartes IPF montrent une couleur homogène, signe d'une faible désorientation cristallographique et donc d'une absence de transformation de phase. Les cartes de phase confirment qu'aucune martensite n'est détectée, même à forte déformation. Les cartes KAM révèlent une désorientation plus marquée en compression qu'en traction, car le durcissement provient uniquement du glissement des dislocations, en accord avec les valeurs du Md30/50.

2.1.3. Effet de la vitesse de déformation du 316L en compression

Les observations EBSD **(Annexes B-4 et Tableau III-4)** mettent en évidence que, quelle que soit la vitesse de déformation en compression, le 316L conserve une microstructure essentiellement austénitique, sans formation significative de martensite. Les cartes de contraste de bande montrent une relative stabilité des joints Σ3, indépendamment de la vitesse appliquée. Les cartes KAM indiquent que la désorientation locale n'est pas influencée par la vitesse.

Tableau III-4: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) lors d'un essai de compression sur le 316L à $\varepsilon = 0{,}4$ et $T = 20\ °C$.

316L ; Compression ; 40% ; 20°C	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$	$\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-5}$
Proportion de CSL (%)	18	18	27	35	19	35
Proportion de Phase martensitique (%)	0	0	0	0	0	0
Valeur moyenne du KAM	1,12 ± 0,84	1,2 ± 0,86	1,17 ± 0,83	1,12 ± 0,78	1,09 ± 0,84	1,1 ± 0,8

2.2. Effet de l'ajout du cuivre sur la microstructure d'un matériau monophasé (302HQ) en traction et en compression

Afin d'observer l'effet du cuivre, sur la microstructure plusieurs cartes EBSD ont été effectuées suivant différents modes de sollicitation et de vitesses de déformation. Ces dernières sont disponibles en **Annexes B-5 à B-8.**

2.2.1. Mécanismes de déformation du 302HQ en traction

De manière similaire au 316L, le 302HQ présente une taille de grains d'environ 40µm, majoritairement équiaxes avec de nombreuses macles de recuit dans l'état de réception. Lorsque la déformation augmente, un léger allongement des grains et un accroissement par maclage sont observés. Cependant le maclage semble plus important que le 316L ce qui est expliqué par une SFE plus faible de l'ordre de $SFE = 34\ mJ \cdot m^{-2}$ **(Figure III-16).**

Traction à $5x10^{-4}$ s^{-1} ; 20 °C

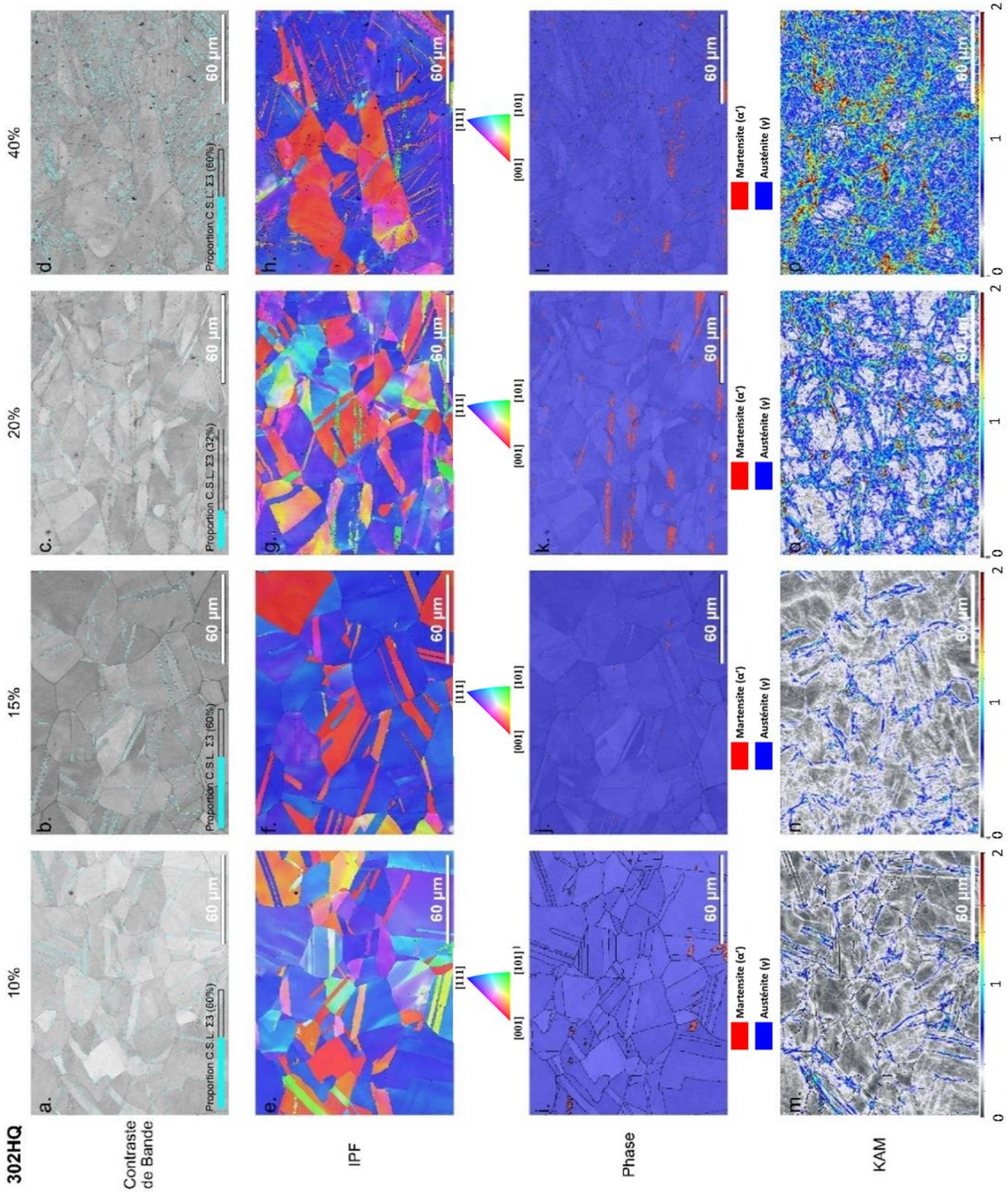

Figure III-16: Cartes EBSD d'évolution microstructurale du 302HQ en traction à une vitesse de $5x10^{-4}$ s^{-1} et 20°C, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-h.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

Tableau III-5: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (ε_p) lors d'un essai de traction sur le 302HQ à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

302HQ ; Traction ; 5x10^{-4} s^{-1} ; 20°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL (%)	60	60	32	60
Proportion de Phase martensitique (%)	1	0	2	1
Valeur moyenne du KAM	0,26 ± 0,21	0,23 ± 0,21	0,51 ± 0,41	0,85 ± 0,52

Les cartographies EBSD **(Figure III-16)** montrent l'évolution microstructurale du 302HQ lors d'une sollicitation en traction **(Tableau III-5)**. Pour les déformations inférieures à $\varepsilon_p = 0{,}2$; la microstructure reste globalement inchangée avec un KAM aux alentours de 0,2.

À $\varepsilon = 0.2$, la formation de martensite n'est pas clairement identifiable. Cependant, une augmentation des hétérogénéités locales visibles sur les cartes KAM augmente de manière significative, traduisant une densification des dislocations.

Comme pour le 316L, le 302HQ subit une accumulation importante de désorientations locales, avec une valeur respective du KAM de 0,71 (contre 0,65 pour le 316L). Aucune transformation martensitique n'est clairement détectée, bien qu'une très faible fraction (≈ 1 %) puisse être observée. Les proportions de joints de macles Σ3 sont également proches (70 % pour le 316L, 60 % pour le 302HQ), indiquant que la microstructure conserve sa stabilité même à forte déformation. Ce comportement reflète l'effet stabilisant du cuivre, aussi efficace que celui du nickel. Cette stabilité peut être reliée à la position similaire des deux nuances dans le diagramme de Schaeffler modifié par Kotecki et Siewert (Kotecki & Siewert, 1992) qui tient compte des effets combinés du nickel et du cuivre à travers le paramètre de Ni_équivalent montrant que le 302HQ à un nickel équivalemment de 16.5% contre 14.1% pour le 316L.

2.2.2. Effet de la vitesse de déformation du 302HQ en traction

L'effet de la vitesse de déformation est visible sur **le Tableau III-6 et en Annexes B-6.** Les images prisent à $\varepsilon = 0.2$ montrent une quantité constante de CSL ainsi qu'un KAM et une transformation de phase très homogènes. Tout comme le 316L, le 302HQ n'est pas impacté par la vitesse de déformation d'un point de vue de la microstructure. La transformation de l'austénite en martensite reste inférieure à 10%, ce qui est très faible et témoigne de l'effet stabilisant du cuivre relativement similaire au nickel.

Tableau III-6: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) lors d'un essai de traction sur le 302HQ à $\varepsilon = 0{,}4$ et $T = 20\ °C$.

302HQ ; Traction ; 40% ; 20°C	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$	$\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-5}$
Proportion de CSL (%)	56	42	39	60	44	42
Proportion de Phase martensitique (%)	6	5	8	1	1	11
Valeur moyenne du KAM	0,78 ± 0,5	0,81 ± 0,51	0,88 ± 0,58	0,85 ± 0,52	0,75 ± 0,49	0,93 ± 0,58

2.2.3. Mécanismes de déformation du 302HQ en compression

Les cartes EBSD **(Annexe B-7 et Tableau III-7)** en contraste de bande **(Annexe B-7)** montrent que, tout comme le 316L, le 302HQ conserve une proportion de joints Σ3 relativement stable, même à forte déformation ($\varepsilon = 0{,}4$). L'ajout de cuivre dans le 302HQ contribue à stabiliser la phase austénitique, de manière comparable à l'effet du nickel plus élevé dans le 316L, tout en retardant la transformation martensitique. Dans le diagramme de Schaeffler original (Schaeffler, 1949), le cuivre n'est pas intégré dans le calcul du nickel équivalent, mais la modification proposée par Kotecki et Siewert (Kotecki & Siewert, 1992) l'inclut avec un coefficient de 0,5, ce qui traduit son rôle stabilisant, bien que plus modéré que celui du Ni ce qui semble être le cas.

Tableau III-7: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (ε_p) lors d'un essai de compression sur le 302HQ à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

302HQ ; Compression ; 5x10^{-4} s^{-1} ; 20°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL (%)	36	34	33	35
Proportion de Phase martensitique (%)	1	3	2	6
Valeur moyenne du KAM	0,99 ± 0,49	0,56 ± 0,35	0,67± 0,44	1,07 ± 0,82

Les cartes IPF **(Annexe B-7)** révèlent une homogénéité des couleurs similaire à celle du 316L jusqu'à $\varepsilon = 0{,}4$ indiquant une faible rotation cristallographique. À $\varepsilon = 0{,}4$, les hétérogénéités augmentent, signe d'une localisation plus prononcée de la déformation. Les cartes de phases **(Annexe B-7)** confirment une transformation martensitique limitée mais légèrement plus importante que pour le 316L, principalement aux fortes déformations. Enfin, les cartes KAM **(Annexe B-7)** montrent une augmentation notable de la désorientation avec la déformation, traduisant un durcissement principalement lié au glissement des dislocations, mais avec une répartition moins homogène que dans le 316L, ce qui peut favoriser localement la nucléation martensitique. Les zones les plus faiblement durcies se déforment préférentiellement, constituant ainsi les chaînons les plus faibles et favorisant localement la nucléation martensitique

2.2.4. Effet de la vitesse de déformation du 302HQ en compression

Les cartographies EBSD **(annexe B-8 et Tableau III-8)** en contraste de bande montrent que la proportion de joint Σ3 est relativement constante aux alentours de 25% en moyenne mais reste plus faible que le 316L ce qui montre que le 316L est plus stable que le 302HQ. Il n'y a pas de lien entre la proportion des joints Σ3 et la vitesse de déformation, tout comme le 316L. Les cartes IPF révèlent une microstructure relativement homogène. Tout comme le 316L, la direction [110] (vert) est privilégiée. Les cartes de phases montrent une légère transformation de phase, qui est plus visible à de faibles vitesses de déformation. Mais cette formation est cependant très faible (environ 11% à 10^{-5} s^{-1}).

Tableau III-8: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) lors d'un essai de compression sur le 302HQ à $\varepsilon_p = 0{,}4$ et $T = 20\,°C$.

302HQ ; Compression ; 40% ; 20°C	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$	$\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-5}$
Proportion de CSL (%)	18	22	16	35	14	22
Proportion de Phase martensitique (%)	3	6	15	6	8	11
Valeur moyenne du KAM	1,14 ± 0,9	1,05 ± 0,83	1,14± 0,88	1,07± 0,82	1,1 ± 0,87	1,08 ± 0,84

2.3. Microstructure de l'acier inoxydable austénitique 304L en traction et en compression

Des essais de traction et de compression interrompus à différents niveaux de déformation ont été réalisés sur le 304L à une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$, ainsi que des essais jusqu'à $\varepsilon_p = 0{,}4$ pour différentes vitesses de déformation.

2.3.1. Mécanismes de déformation du 304L en traction à $T = 20\ °C$

La transformation microstructurale a été quantifiée par des analyses par EBSD d'un essai de traction à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$, en fonction du pourcentage de déformation plastique. **Les Figures III-17b, III-17c, III-17d et III-17e** montrent l'évolution de la microstructure et la formation de martensite via l'IPF dans l'acier 304L soumis à un essai de traction **(Figure III-17a).**

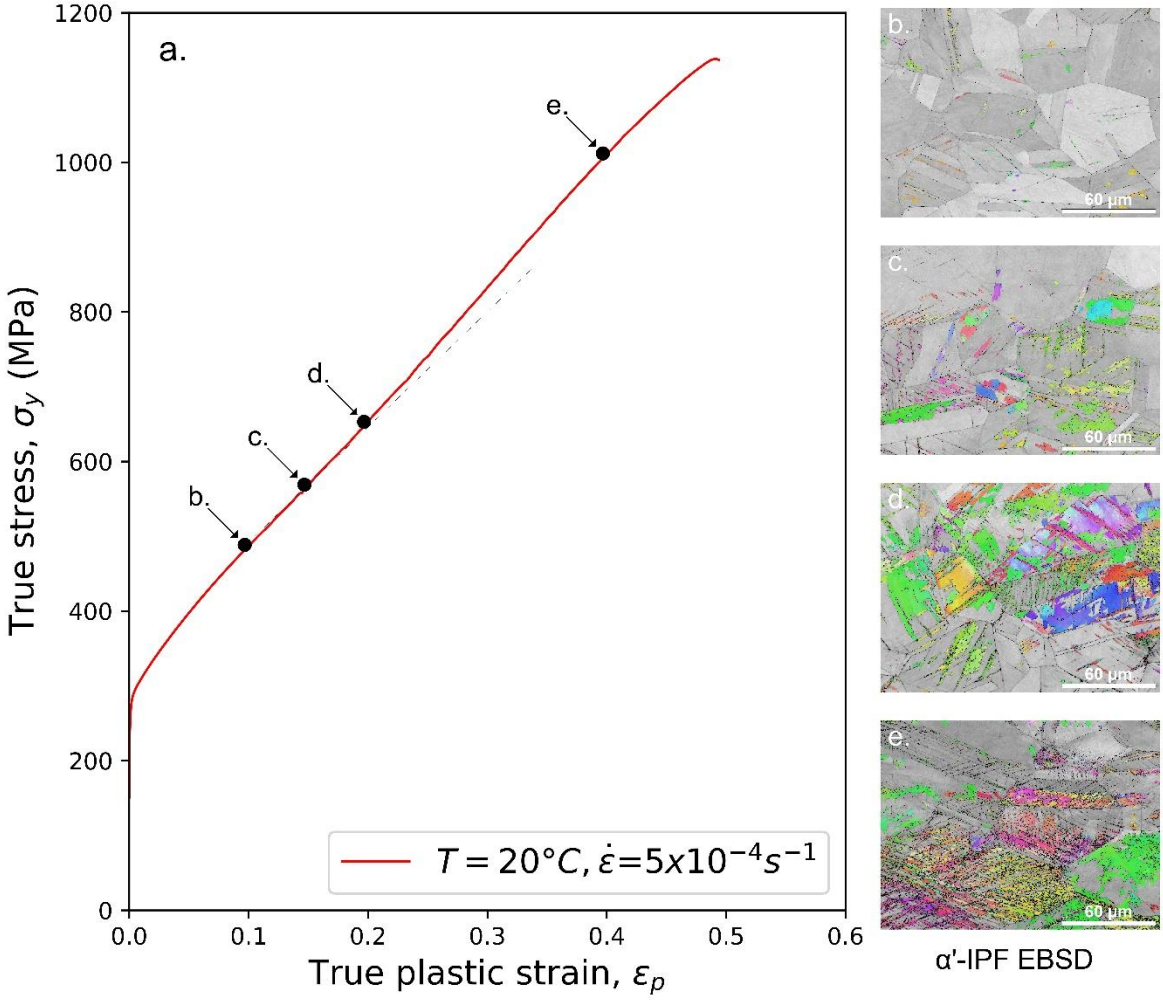

Figure III-17: mécanisme de déformation présent dans le 304L, a. courbe de traction déformation plastique vraie – Contrainte vraie, IPF de la phase martensitique à b. 10% de déformations plastique vraie, c. 15% de déformations plastique vraie, d. 20% de déformations plastique vraie, et e. 40% de déformations plastique vraie,

Jusqu'à $\varepsilon_p = 0{,}1$ (**Figure III-17a point b et Figure III-17b**), aucun changement significatif n'a pu être observé, aucune martensite n'ayant été détectée. À partir de $\varepsilon_p = 0{,}15$ (Figure III-16a point c et Figure III-16c), un point d'inflexion apparaît, rendant visible la transformation martensitique sur la courbe contrainte–déformation **(Figure III-17a).**

Pour une valeur de déformation plastique égale à $\varepsilon_p = 0{,}2$ (Figure III-16d point b et Figure III-16d), la transformation martensitique devient plus marquée, et pour $\varepsilon_p = 0{,}4$ (Figure III-16e point b et Figure III-16e) de déformation plastique, les analyses EBSD suggèrent qu'environ 30 % de la phase austénitique a été transformée La microstructure présentée en **Figure III-17e** montre une succession de macles fines de type Σ3 contenant de la martensite. Comme indiqué dans la littérature (X. Li et al., 2019; Shen et al., 2012; Xu et al., 2018), la martensite α' se forme préférentiellement aux joints de macles Σ3, qui agissent comme des sites de nucléation en raison des contraintes localisées. La présence de la martensite, par ses caractéristiques mécaniques intrinsèques (dureté et résistance plus élevées que celles de l'austénite), contribue directement à l'augmentation des propriétés mécaniques globales du 304L.

Il a été établi que la contrainte critique pour l'activation du maclage mécanique est étroitement liée à l'énergie de faute d'empilement (SFE) et à l'amplitude du vecteur de Burgers (S. Allain et al., 2004; Christian & Mahajant, 1995). La valeur de SFE du 304L est estimée à environ 14 mJ·m^{-2} via l'équation de Schramm et Reed (Schramm & Reed, 1975) et l'amplitude du vecteur de Burgers $b_p \approx 0{,}147$ nm. La littérature rapporte qu'une contrainte critique de traction de l'ordre de 580 MPa est nécessaire pour l'initiation du maclage sur un type 304 (Qin & Xia, 2020a; Shen et al., 2012). Les résultats indiquent une valeur proche, de 560 MPa, est atteinte à environ 15 % de déformation plastique vraie, correspondant au point où apparaissent les premières traces de martensite α' observées par EBSD (**Figure III-17.c**).

Au-delà de ce seuil, la densité de macles et la fraction de martensite augmentent nettement, confirmant que la faible SFE du 304L favorise le maclage mécanique, lequel agit comme un mécanisme privilégié de nucléation de la martensite induite par déformation.

La **Figure III-18** et le **Tableau III-9** présentent l'évolution microstructurale du 304L en traction uniaxiale à différentes valeurs de déformation plastique vraie ($\varepsilon_p = 0{,}1$, $\varepsilon_p = 0{,}15$, $\varepsilon_p = 0{,}2$ et $\varepsilon_p = 0{,}4$), observée par diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD) sous différents modes de cartographie : contraste de bande (**Figure III-18.a–d**), Figure de Pôle Inverse (IPF) (**Figure III-18.e–h**), contraste de phase (**Figure III-18.i–l**) et les désorientations locales moyennes (KAM) (**Figure III-18.m–p**).

Nous noterons que la phase ε hexagonale compacte de la martensite servant au passage de l'austénite γ à la martensite α' n'a pas été observée. Elle est souvent observée pour $\varepsilon_p < 0{,}1$ (voir chapitre I), des niveaux de déformation qui n'ont pas été particulièrement étudiés dans ce travail.

.

Traction à $5x10^{-4}$ s^{-1} ; 20 °C

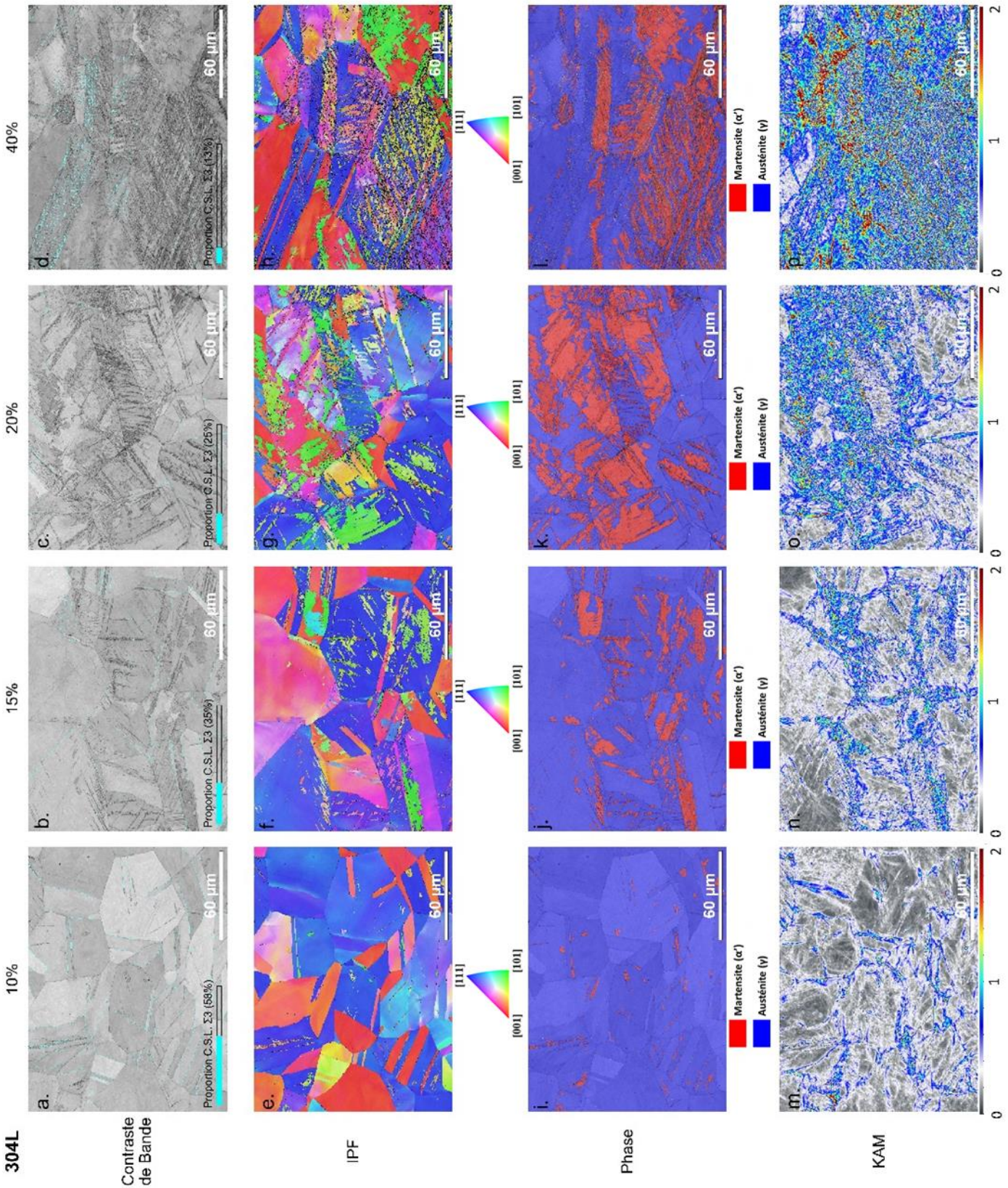

Figure III-18: Cartes EBSD d'évolution microstructurale du 304L en traction à une vitesse de $5x10^{-4}$ s^{-1} et 2 0°C, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL Σ3 en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

Tableau III-9: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (ε_p) lors d'un essai de traction sur le 304L à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

304L ; Traction ; 5x10^{-4} s^{-1} ; 20°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL Σ3 (%)	58	35	25	13
Proportion de Phase martensitique (%)	3	8	18	33
Valeur moyenne du KAM	0,28 ± 0,24	0,39 ± 0,34	0,55 ± 0,44	0,78 ± 0,56

Les cartes en contraste de bande (**Figure III-18.a–d)** révèlent clairement la présence initiale de nombreux joints Σ3 (macles de recuit, en cyan), représentant 58 % de la longueur totale des joints spéciaux à $\varepsilon = 0{,}1$. La proportion des macles est progressivement réduite pour atteindre la valeur de 13 % lorsque la déformation plastique augmente jusqu'à $\varepsilon = 0{,}4$. Comparativement, pour la déformation $\varepsilon = 0{,}4$, la longueur totale des joints de macles est de 71% pour le 316L et 60% pour le 302HQ. Le Tableau III-9 indique que simultanément la fraction de martensite augmente (Feng et al., 2018; Pun et al., 2022). Bien que cette diminution peut résulter de la perturbation du réseau cristallin par l'accumulation de dislocations, les observations des images révèlent la conversion partielle des macles en martensite α' (X. Li et al., 2019; Shen et al., 2012).

La transformation γ FCC vers α' quadratique observée dans les cartes EBSD suit généralement une relation d'orientation de type Kurdjumov–Sachs qui relie le plan (111)γ au plan (110)α' et la direction [$\bar{1}$01]γ à la direction [$\bar{1}$11]α'. Cette relation implique que les plans {111} de l'austénite qui sont les plans de glissement privilégiés se transforment en plans {110} de la martensite.

L'analyse des cartes IPF montre que les grains initialement orientés selon <110> dans la martensite sont majoritairement issus de la transformation d'austénite. Cela s'explique par le fait que cette orientation en BCC correspond via la relation KS à des grains d'austénite dont la direction de chargement est proche des systèmes de glissement {111}<110> en FCC. Ces grains présentent donc une activité de glissement importante et une accumulation rapide de dislocations ce qui favorise la nucléation et la croissance de la martensite induite par la déformation. Cette observation est cohérente avec les résultats rapportés dans la littérature notamment par Shen et al. et Zou et al. (Shen et al., 2012; Zou et al., 2023)qui indiquent que les orientations γ conduisant à des α' proches de <110>α' selon la relation KS sont surreprésentées dans les zones transformées.

Les cartes de phase **(Figure III-18.i–l)** mettent en évidence l'augmentation progressive de la fraction de martensite α' (en rouge) au détriment de l'austénite γ (en bleu):

- à $\varepsilon = 0{,}1$, la martensite est quasi absente.
- à $\varepsilon = 0{,}15$, des amas localisés apparaissent, en lien avec l'inflexion observée sur les courbes de taux d'écrouissage.
- à $\varepsilon = 0{,}2$, la transformation devient massive dans les grains les plus favorables,
- à $\varepsilon = 0{,}4$, la microstructure est largement transformée, avec une fraction estimée supérieure à 30 %.

Cette évolution, en accord avec les mesures EBSD et la littérature (Xu et al., 2018), confirme le rôle de la déformation plastique accumulée et du glissement intragranulaire dans le déclenchement de la transformation TRIP.

L'analyse des cartes KAM (**Figure III-18.m–p**) met en évidence l'évolution de la désorientation locale, indicatrice de la densité de dislocations (GNDs), au cours de la déformation plastique du 304L :

- à $\varepsilon = 0{,}1$, la désorientation reste faible et se concentre majoritairement le long des joints de grains austénitiques, traduisant un stockage de dislocations limité.
- à $\varepsilon = 0{,}15$, une augmentation nette du KAM est observée dans certaines zones austénitiques, en particulier à proximité des interfaces γ/α', indiquant une accumulation locale de dislocations préalable à la transformation martensitique. Cette observation est en accord avec les travaux de Finfrock (Finfrock, 2022), qui montrent que les zones à forte KAM dans les phases FCC correspondent souvent à des aires soumises à des contraintes élevées, imposées par l'expansion volumique associée à la transformation γ → α'.
- à $\varepsilon = 0{,}2\ et\ 0{,}4$, le KAM est fortement augmenté et est largement distribué dans la microstructure globale, non seulement autour mais aussi à l'intérieur des zones transformées. Cela traduit à la fois la plasticité intra martensitique, caractérisée par une forte densité de dislocations dans la phase α', et les incompatibilités de déformation entre l'austénite résiduelle et la martensite.

Comme le souligne Frinfrock (Finfrock, 2022) la martensite formée par transformation induite présente une densité de dislocations et une teneur en carbone plus élevées que la martensite primaire, générant des contrastes marqués dans les cartes KAM visiblent sur les **Figures III-18o et III-18p.**

La progression des KAM avec la déformation confirme que la transformation TRIP dans le 304L est intimement liée au développement d'hétérogénéités locales de déformation et à l'augmentation de la densité de dislocations, en particulier dans les joints de grains austénitiques instables.

La transformation martensitique est progressive et hétérogène, amorcée dans des grains favorables cristallographiquement (<110> // LD) et dans les zones à forte densité de dislocations. Les macles Σ3, initialement nombreuses, jouent un rôle de sites privilégiés pour la nucléation de la martensite, mais sont rapidement réduites avec la déformation (**Figure III-19**).

La plasticité combinée γ + α', associée à la multiplication des dislocations et aux contraintes de compatibilité aux interfaces γ/α' et macle/matrice, alimente un taux d'écrouissage élevé jusqu'à $\varepsilon_p = 0{,}2$. Au-delà, le taux décroît progressivement, du fait de la saturation de la transformation martensitique : la fraction d'austénite résiduelle ne permet plus de soutenir l'effet TRIP.

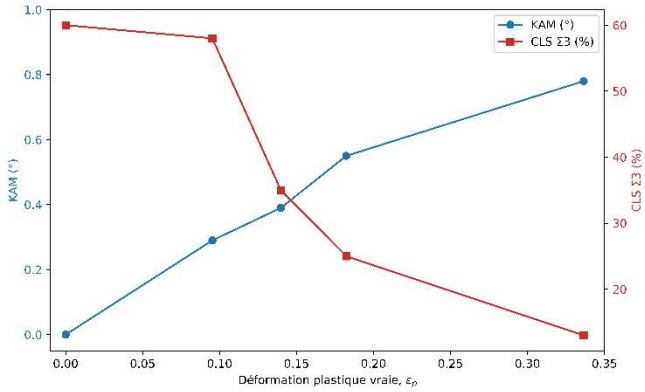

Figure III-19: Évolution simultanée du KAM moyen et de la proportion de joints CSL Σ3 en fonction de la déformation plastique vraie lors de la traction du 304L à 20 °C.

2.4. Effet de la température et de la vitesse de déformation sur la microstructure de l'acier inoxydable austénitique 304L en traction et en compression

Afin de compléter l'analyse de la microstructure du 304L différentes cartes EBSD ont été réalisées à différentes vitesses et températures.

2.4.1. Effet de la vitesse de déformation sur la microstructure du 304L

Pour une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$, la **Figure III-20 et le Tableau III-10** montrent que la proportion de joints Σ3 évolue avec la déformation mais différemment que pour les essais réalisés à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$**(Figure III-18).** À une vitesse de déformation plus élevée, la proportion de CSL est constante avec une valeur d'environ de 40% pour $\varepsilon = 0{,}4$ alors qu'à une vitesse plus faible ($\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$) celle-ci chute à 13% pour $\varepsilon = 0{,}4$.

La chaleur générée localement par la déformation plastique à cette vitesse $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$, difficile à dissiper, peut favoriser la récupération dynamique et réduire la transformation martensitique. En conséquence, le contraste de bande apparaît légèrement moins net et plus hétérogène dans les zones déformées, indiquant une dégradation plus précoce de la qualité de diffraction (Langi et al., 2025; Vazquez-Fernandez et al., 2019).

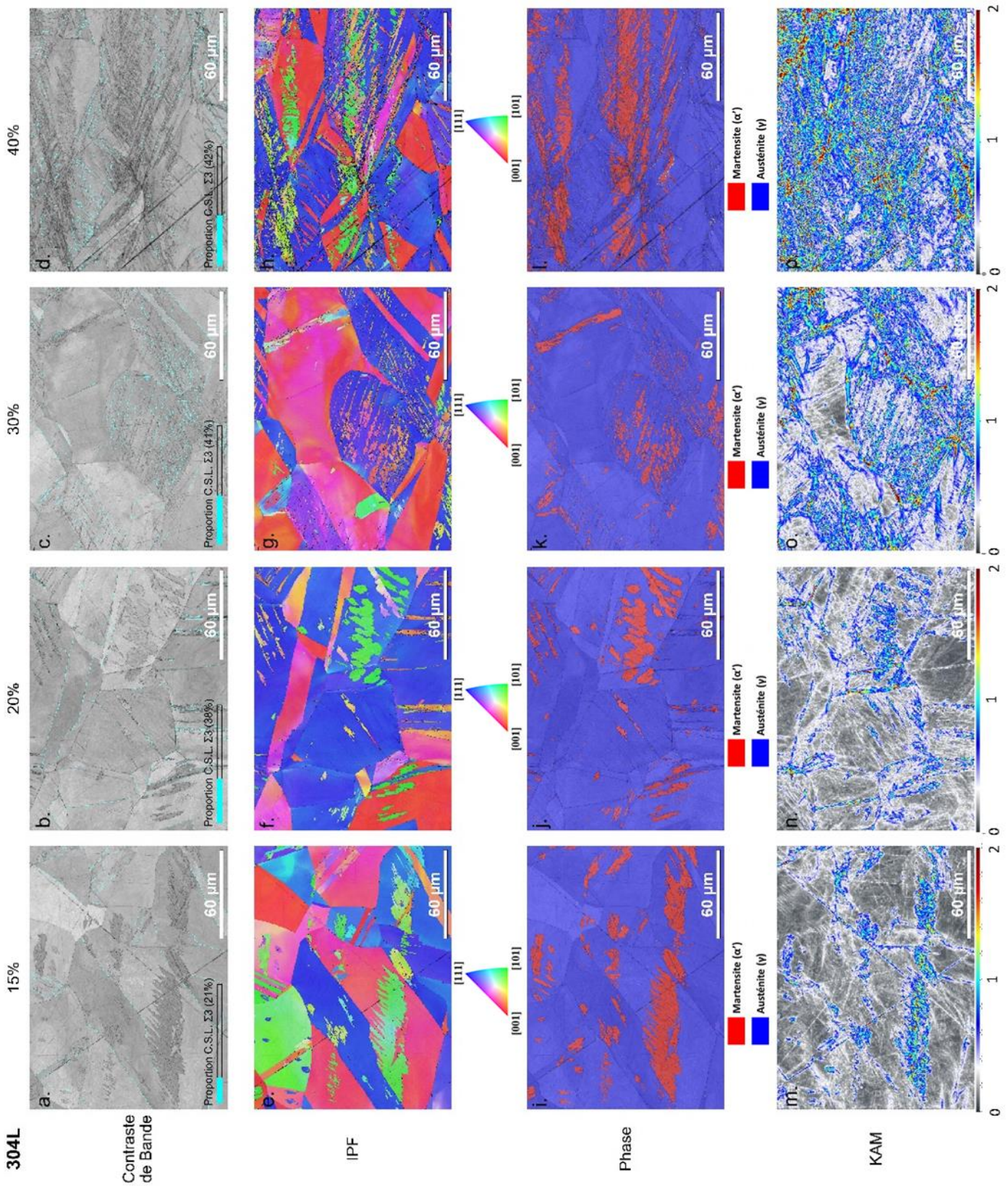

Figure III-20: Effet de la vitesse de déformation sur le 304L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

Tableau III-10: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (ε_p) lors d'un essai de traction sur le 304L à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

304L ; Traction ; 10^{-2} s^{-1} ; 20°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL Σ3 (%)	58	60	58	38
Proportion de Phase Martensitique (%)	13	8	7	19
Valeur moyenne du KAM	0,29 ± 0,29	0,31 ± 0,29	0,55 ± 0,43	0,73 ± 0,53

Les cartes de phases montrent une formation martensitique globalement comparable entre les deux vitesses de déformation, bien que la fraction de grains austénitiques partiellement transformés soit plus faible à 10^{-2} s^{-1} pour une même déformation plastique. L'effet thermique estimé par $\Delta T = \frac{\beta \sigma \dot{\varepsilon}}{\rho C_p}$ réduit la sursaturation en contraintes nécessaires à l'initiation de la transformation TRIP, retardant la formation de martensite dans les orientations favorables. Toutefois, les zones déjà transformées présentent des morphologies plus épaisses, suggérant une croissance préférentielle plutôt qu'une nucléation étendue.

La quantification EBSD **(Figure III-20i-l)** montre qu'à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$, la fraction de martensite α' est systématiquement inférieure à celle obtenue à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$, surtout aux faibles déformations. Par exemple, pour $\varepsilon = 0.2$, la fraction mesurée est inférieure de plusieurs points de pourcentage. Ce déficit est attribué à la combinaison d'un adoucissement thermique et d'une diminution de la contrainte critique de glissement, qui favorisent la plasticité austénitique plutôt que la transformation de phase. Aux fortes déformations (≥40 %), la différence s'atténue, l'écrouissage mécanique de la phase austénitique compense en partie l'effet thermique.

Les cartes KAM **(Figure III-20m-p)** révèlent une densité de dislocations plus élevée dans l'austénite à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ aux faibles déformations. Les cartes KAM (Kernel Average Misorientation) fournissent une mesure indirecte de la densité de dislocations : une augmentation du KAM correspond à une accumulation de désorientations locales liées aux dislocations stockées (Humphreys & Hatherly, 2004).

À $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$, la transformation TRIP favorise une forte accumulation de dislocations dans l'austénite et la martensite, ce qui se traduit par un KAM plus élevé. En revanche à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ un échauffement local induit une restauration dynamique qui limite la densité de dislocations, conduisant à des valeurs de KAM plus faibles passant de 0,78 pour une vitesse de déformation de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ à 0,62 pour une vitesse de déformation à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$.

Ces résultats confirment que l'augmentation de la vitesse de déformation de 5×10^{-4} s^{-1} à 10^{-2} s^{-1} retarde l'initiation de la transformation martensitique et modifie le partage de la déformation entre glissement dans les grains austénitiques et l'effet TRIP. L'effet thermique induit par la déformation plastique conduit à une densité de dislocations plus faible, une stabilité accrue des macles Σ3 et une transformation de phase plus faible. Ces résultats sont cohérents avec les travaux de Talonen (Talonen, 2007), qui soulignent l'importance de la vitesse de déformation et du couplage thermomécanique dans les aciers inoxydables austénitiques instables type 304L. Talonen a montré que la martensite pouvait passer de 80% de phase transformée à 3×10^{-4} s^{-1} à 40% à 200 s^{-1} à cause d'une élévation de la température de 40 °C.

2.4.2. Effet de la température sur la microstructure du 304L

Les essais de traction effectués à 50 °C et $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ sont présentés en **Figure III-21 et Tableau III-11**. Leur confrontation avec les résultats à 20 °C présentés précédemment dans la **Figure III-18**, pour une vitesse identique, permet d'évaluer l'influence de la température sur le comportement mécanique.

Traction à $5x10^{-4}$ s^{-1} ; 50 °C

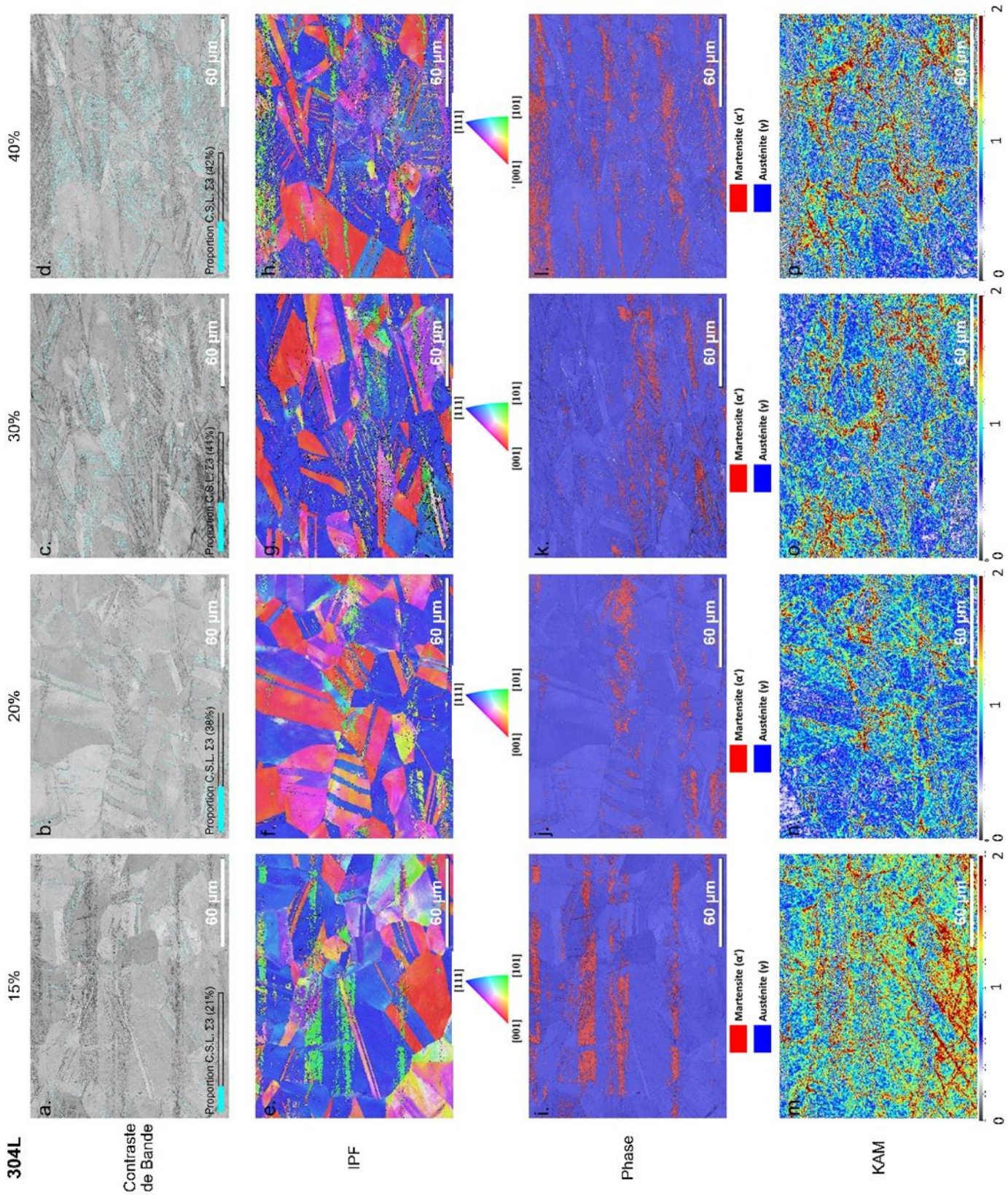

Figure III-21: Effet de la température sur le 304L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-h.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

Tableau III-11: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (ε_p) lors d'un essai de traction sur le 304L à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 50\ °C$.

304L ; Traction ; 5x10^{-4} s^{-1} ; 50°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL Σ3 (%)	21	46	42	43
Proportion de Phase martensitique (%)	11	6	7	16
Valeur moyenne du KAM	0,56 ± 0,37	0,91 ± 0,56	0,96± 0,47	0,98 ± 0,67

Les cartes EBSD montrent que la proportion CSL reste relativement constante le long de la déformation avec des valeurs respectives de 21%, 38%, 41% et 42% Pour $\varepsilon = 0{,}15;\ 0{,}2;\ 0{,}3;\ 0{,}4$. Les IPF révèlent une structure majoritairement orientée en (111) ce qui le cas pour une structure austénitique FCC (Figure III-12e-h). Les cartes de phases ne montrent pas une réelle évolution de la phase martensitique. Elle reste formée en amas suivant la direction de sollicitation (Horizontale).

L'augmentation de la température initiale à 50 °C modifie notablement l'évolution du contraste de bande par rapport aux essais réalisés à 20 °C. Les joints Σ3, bien visibles à faible déformation (10 %), restent relativement stables jusqu'à $\varepsilon = 0{,}4$, on note une valeur de 42% pour les essais à 50°C contre 13% à 20 °C pour une vitesse de 5x10^{-4}s^{-1}. Ce comportement suggère que la température retarde l'activation de la transformation martensitique sur les macles, maintenant une fraction plus élevée de macles intactes à forte déformation.

Les cartes IPF révèlent que la transformation de phase est globalement moins intense à 50 °C qu'à 20 °C pour une même déformation plastique. On observe en particulier un nombre plus faible de grains austénitiques orientés dans des directions favorables à la transformation, ce qui se traduit par une fraction martensitique réduite. La martensite apparaît toujours sous forme d'amas au sein des grains, mais ceux-ci sont moins nombreux qu'à 20 °C. La chaleur additionnelle augmente la stabilité thermique de l'austénite et limite la sursaturation en contraintes locales nécessaire à l'initiation de la TRIP. Les orientations cristallographiques restent comparables entre les deux températures, mais la répartition spatiale des zones transformées est plus hétérogène à 50 °C.

La quantification de phase par EBSD confirme que la fraction volumique de martensite α' est réduite à 50 °C par rapport à 20 °C à toutes les étapes de déformation :

- à $\varepsilon = 0{,}15$ les amas de martensite sont plus petits et moins connectés ;
- à $\varepsilon = 0{,}2\ et\ \varepsilon = 0{,}4$, la transformation reste présente mais sa progression est moins marquée.

Cette observation corrobore l'effet bien connu de la température sur la stabilité de l'austénite. Une température plus élevée augmente l'énergie critique nécessaire à la nucléation martensitique et favorise la plasticité par glissement au détriment de l'effet TRIP.

Les cartes KAM montrent qu'à 50 °C, la désorientation locale est globalement réduite, sauf pour $\varepsilon = 0{,}1$, en particulier dans les grains austénitiques, ce qui traduit une moindre accumulation de dislocations. En l'absence de transformation massive, les incompatibilités de déformation aux interfaces γ/α' apparaissent plus tardivement, ce qui conduit à des valeurs de KAM plus faibles pour le même niveau de déformation à 20 °C et confirme une densité de dislocations réduite.

Le passage de 20 °C à 50 °C limite nettement la transformation martensitique induite par déformation dans le 304L, réduit la densité de dislocations dans l'austénite, et maintient plus longtemps l'intégrité des joints Σ3. Les effets observés sont cohérents avec l'augmentation de la stabilité thermique de l'austénite

et le ralentissement des processus TRIP à mesure que la température s'élève. Les résultats obtenus à 100 °C et 200 °C, qui confirment et amplifient ces tendances, sont présentés en ***Annexe B-9 et B-10.***

2.4.3 Effet du mode de sollicitation sur la microstructure du 304L

Le mode de sollicitation étant un élément à prendre en compte dans le mécanisme de transformation martensitique, plusieurs essais de compression ont été réalisés en faisant varier soit la vitesse soit le taux de déformation.

2.4.3.1. Essais de compression interrompu sur le 304L

La **Figure III-22 et le Tableau III-12** regroupe les essais de compression interrompus à une vitesse de $5x10^{-4}$ s^{-1}

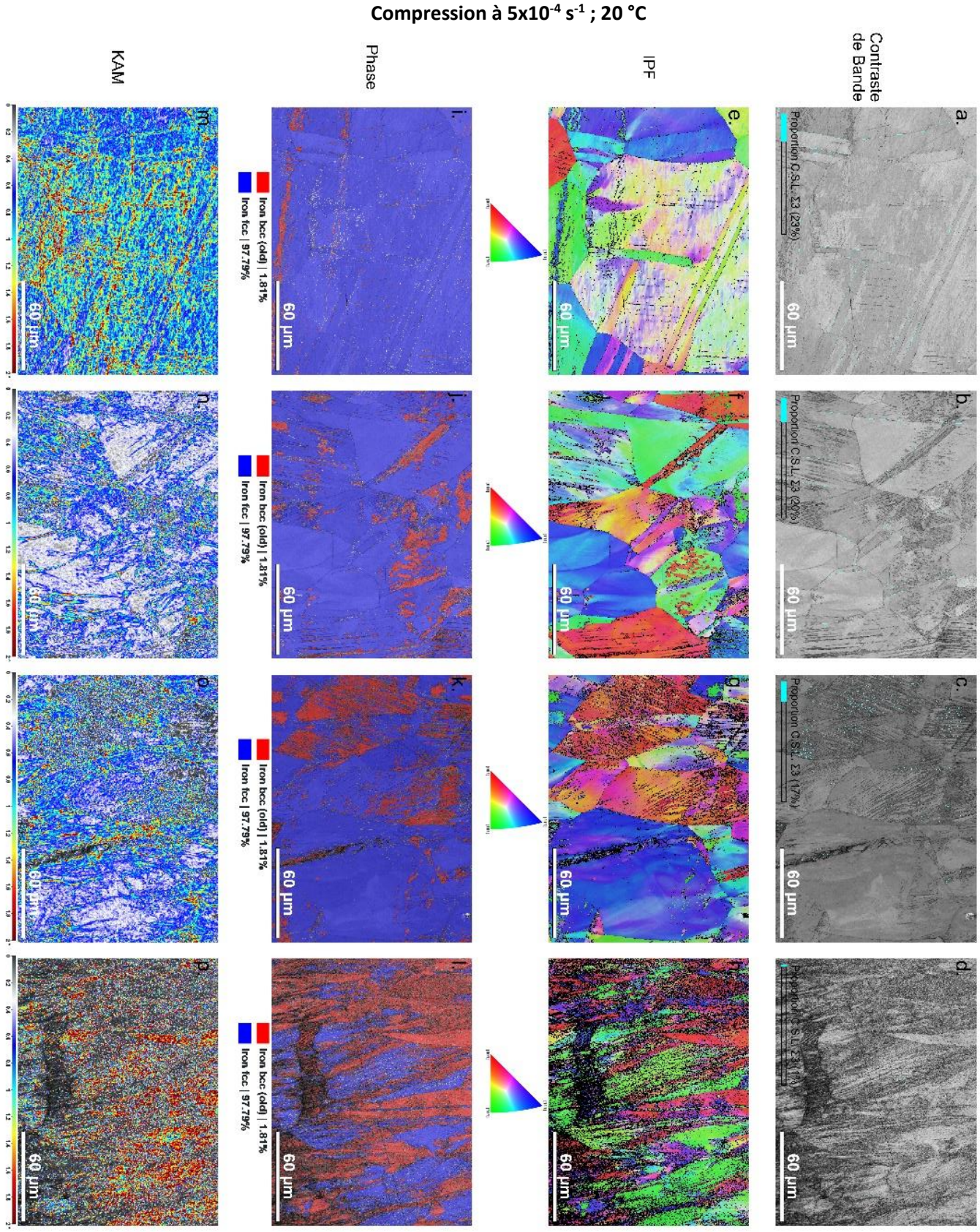

Figure III-22: Effet du mode de sollicitation sur le 304L en compression à 5x10^{-4} s^{-1}, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-n.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

Tableau III-12: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (ε_p) lors d'un essai de compression sur le 304L à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

304L ; Compression ; 5x10^{-4} s^{-1} ; 20°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL Σ3 (%)	23	20	17	1
Proportion de Phase Martensitique (%)	2	9	15	33
Valeur moyenne du KAM	0,78 ± 0,41	0,6 ± 0,43	0,73 ± 0,53	0,97 ± 0,89

Les cartographies en contraste de bande révèlent une baisse du taux d'indexation au fur et à mesure que la déformation plastique augmente, traduisant l'accumulation de défauts cristallins et la dégradation locale de la qualité de diffraction. Ce phénomène est particulièrement marqué dans le cas présent. En traction, dans les mêmes conditions de vitesse et de température, le taux d'indexation ne chutait que de 99 % à 90 % **(Figure III-18)** alors qu'il passe de 96 % à 60 % en compression (**Figure III-22**). Cependant la proportion de joints de type Σ3 diminue plus fortement, passant de 23% à 1 % entre $\varepsilon = 0{,}1$ et $\varepsilon = 0{,}4$. Cette réduction traduit une perte de cohérence des macles sous l'effet de la déformation et de l'accumulation de dislocations, ce qui conduit à une diminution de leur proportion mesurée en EBSD.

Les orientations cristallographiques visibles sur les IPF montrent une évolution de l'anisotropie, c'est-à-dire que tous les grains ne se réorientent pas de la même manière sous la direction de sollicitation. Certains grains se réorientent dès $\varepsilon = 0{,}15$ dans une direction proche [110] favorable à la formation de martensite et s'aplatissent suivant la direction normale à la direction de sollicitation horizontale. À $\varepsilon = 0{,}4$, une forte fragmentation des grains avec une taille de grain moyenne de 8 µm indique un état de déformation très avancé et un durcissement microstructural.

Les cartes de phase obtenues en compression (Figures i–l) mettent en évidence une cinétique de transformation martensitique α' nettement plus rapide que celle observée en traction. À partir de 20 % de déformation, la martensite est largement visible et forme des zones coalescentes traversant plusieurs grains. Le comportement en compression favorise la rotation cristallographique des grains (Murr et al., 1982; Talonen, 2007). La pression hydrostatique positive générée par la compression favorise la transformation martensitique induite par déformation, car moins de vides sont générés et l'état de contrainte est plus favorable à la nucléation de la martensite (Zou et al., 2023) À $\varepsilon = 0{,}4$, la microstructure est largement dominée par la martensite, laissant peu d'austénite résiduelle

En résumé, la compression génère une accumulation de dislocations plus homogène et précoce que la traction. La transformation martensitique est plus importante dès les premiers niveaux de déformation et la structure devient majoritairement martensitique avant $\varepsilon = 0{,}4$.

2.4.3.2. Effet de la vitesse de déformation lors d'une sollicitation en compression sur le 304L

Des essais de compression interrompu à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}s^{-1}$ ont été réalisés afin de comparer directement les résultats avec ceux obtenus en traction à vitesse de déformation plastique égale **(Tableau III-13)**. D'autres vitesses allant de 10^{-1} à 10^{-5} s^{-1} ont également été testées à $\varepsilon = 0{,}4$ afin d'observer la microstructure **(Annexe B-11)**.

Tableau III-13: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la déformation plastique vraie (ε_p) lors d'un essai de compression sur le 304L à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

304L ; Compression ; 10^{-2} s^{-1} ; 20°C	$\varepsilon = 0{,}1$	$\varepsilon = 0{,}15$	$\varepsilon = 0{,}2$	$\varepsilon = 0{,}4$
Proportion de CSL Σ3 (%)	32	28	14	2
Proportion de Phase (%)	8	10	15	26
Valeur moyenne du KAM	0,41 ± 0.,7	0,63 ± 0,48	0,87 ± 0,61	1,14 ± 0,84

À une vitesse de 10^{-2} s^{-1}, les essais de compression montrent une transformation martensitique moins avancée qu'à $5x10^{-4}$ s^{-1}. Cette réduction est liée comme pour la traction à l'échauffement adiabatique qui stabilise l'austénite et limite la transformation induite par la déformation. Par rapport à la traction, la compression se traduit par des valeurs de KAM plus élevées et plus largement réparties à l'intérieur des grains, ce qui indique une densité de dislocations plus importante et plus diffuse spatialement.
Des cartes EBSD ont été prises à différentes vitesses de déformation **(Annexe B-12).** Le **Tableau III-14** présente les valeurs numériques extraites des cartes EBSD.

Tableau III-14: Évolution de la proportion de joints CSL Σ3, de la fraction de martensite et de la valeur moyenne du KAM en fonction de la vitesse de déformation ($\dot{\varepsilon}$) lors d'un essai de compression sur le 304L à $\varepsilon_p = 0{,}4$ et $T = 20\,°C$.

304L ; Compression ; 40% ; 20°C	$\dot{\varepsilon} = 10^{-1}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-2}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-3}$	$\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-4}$	$\dot{\varepsilon} = 10^{-5}$
Proportion de CSL Σ3 (%)	6	2	1	1	2	1
Proportion de Phase martensitique (%)	30	26	32	33	55	45
Valeur moyenne du KAM	0,91 ± 0,77	1,14 ± 0,84	1,06 ± 0,8	0,97 ± 0,89	0,9 ± 0,81	1,09 ± 0,84

Pour les échantillons comprimés à une déformation $\varepsilon = 0{,}4$, la vitesse de déformation montre son influence marquée sur la microstructure. Une diminution des joints Σ3 est observée lorsque que la vitesse diminue. Les Figures de pôles inverses montrent une réorientation de la microstructure autour des directions [101] quelle que soit la vitesse de déformation. Les cartes de phases confirment qu'une vitesse plus faible favorise la transformation de phase. Concernant les KAM, une forte valeur de désorientation associée à une forte densité de dislocations est observée pour toutes les vitesses.

En comparaison avec la traction, à des taux de déformation ou de vitesses équivalentes, la compression présente une distribution des dislocations, une fraction de phase martensitique plus élevée (**Figure III-23a**) et est également plus homogène. Nos résultats confirment que l'état de contrainte en compression favorise l'effet TRIP comme il avait été rapporté par plusieurs chercheurs (Iwamoto et al., 1998; Miller & McDowell, 1996).

La **Figure III-23b** montre également l'évolution des CSL Σ3 qui a tendance à diminuer avec la déformation. Cela permet de montrer le lien entre la fragmentation des CSL et l'augmentation de la phase martensitique transformée à partir des macles Σ3.

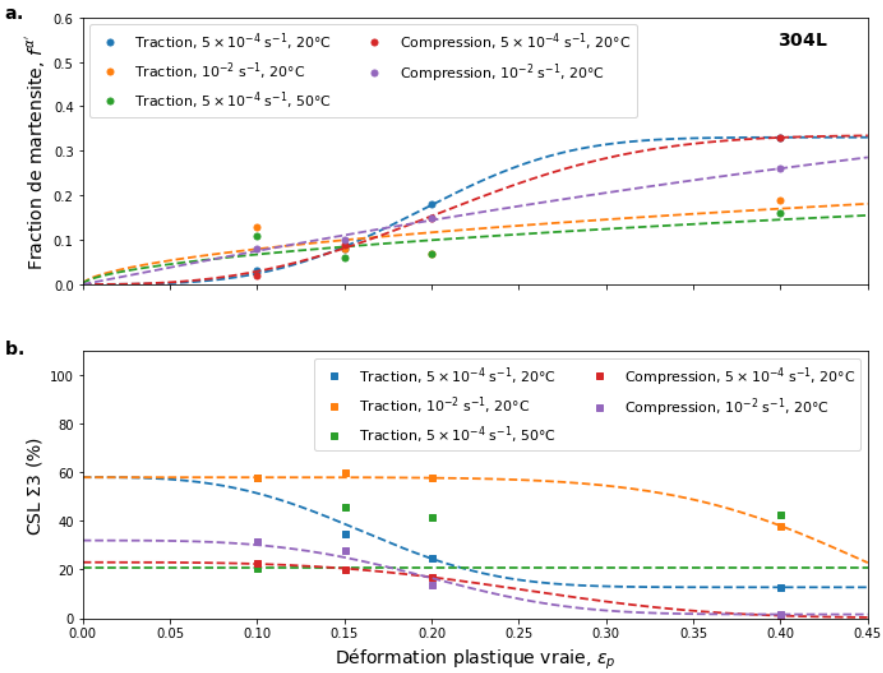

Figure III-23: Evolution de a. la martensite induite par déformation α' en fonction de la déformation plastique vraie et b. évolution de la proportion des CSL Σ3 avec la déformation plastique vraie.

3. Quantification de la martensite par diffraction des rayons (DRX)

Afin de compléter les résultats déduits des observations par EBSD, des analyses par diffraction des rayons X ont également été réalisées dans le but d'obtenir des informations sur un volume de matière plus important.

Les quantifications de phases ont été réalisées sur un goniomètre D5000 avec un détecteur plan. Les mesures sont différentes de celles trouvées sur les cartes EBSD ce qui est normal puisque l'EBSD sonde localement en surface et que cette technique est limité par la résolution du MEB (Shen et al., 2012), alors que la DRX fournit une moyenne volumique (avec une profondeur de 7 microns) et dans un domaine macroscopique (de l'ordre du minimètre).

3.1. Quantification de la martensite par DRX sur un acier inoxydable monophasé (316L)

La **Figure III-24** montre l'évolution de la fraction de martensite dans le 316L avec la vitesse de déformation.
Le 316L montre une transformation martensitique très limitée grâce à sa composition chimique stabilisant la phase austénitique. Cette transformation ne dépasse pas les 1% en traction **(Figure III-24)** et les 2% en compression pour $\varepsilon_p = 0{,}4$. Ces analyses permettent de montrer la présence d'une fraction volumique de phase martensite très faible quel que soit le niveau de déformation. Ces résultats sont comparables aux analyses EBSD mais également aux résultats de la littérature (Han et al., 2022; Y. Wang et al., 2024).

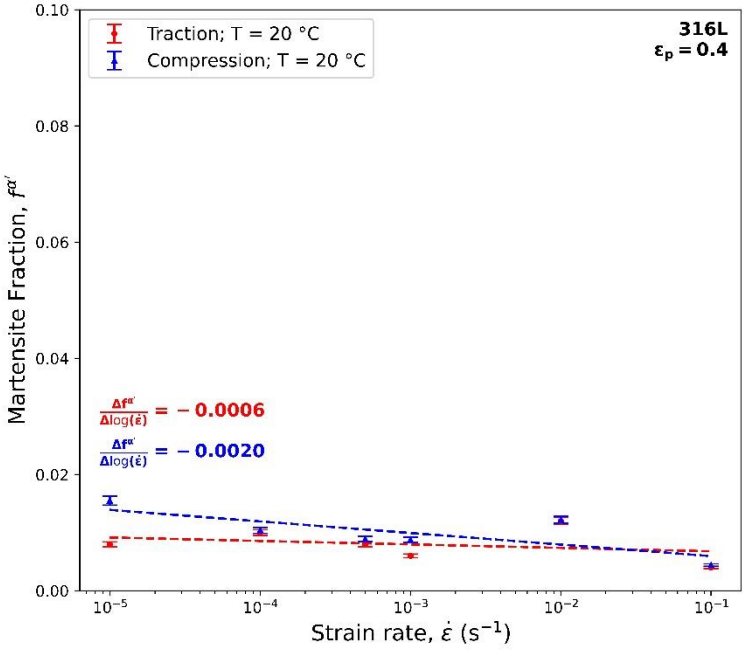

Figure III-24: Effet de la vitesse de déformation sur le 316L en compression et traction.

3.2. Effet du cuivre sur la quantification de la martensite par DRX sur un acier inoxydable monophasé (302HQ)

Comparativement au 316L, le 302HQ **(Figure III-25)** présente une transformation martensitique plus marquée, quelle que soit la vitesse de déformation. Il est nécessaire d'aller dans des hauts niveaux de déformation pour observer de la transformation martensitique. En traction, la fraction de martensite reste modérée (1,6 % à 10^{-1} s^{-1}, jusqu'à environ 3,3 % à 10^{-5} s^{-1}, [1]), tandis qu'en compression, elle atteint 2,3 à 7,7 %.

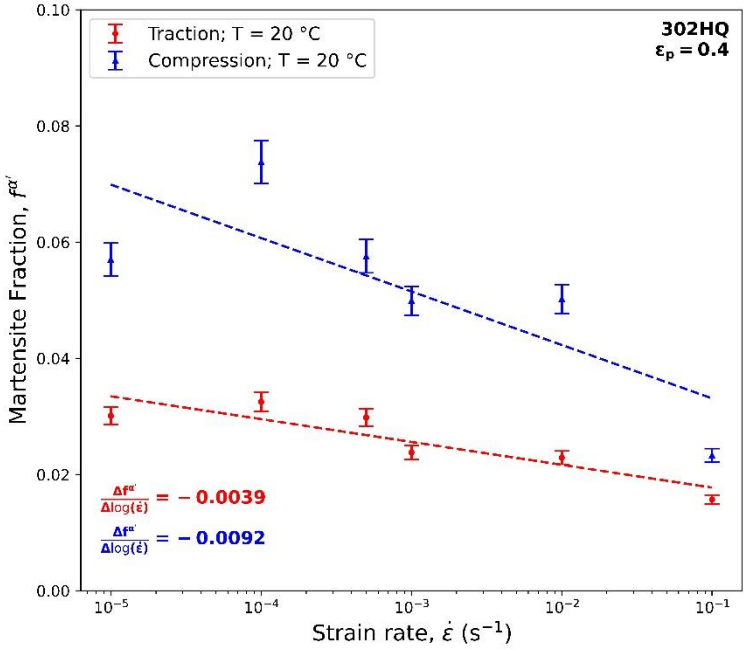

Figure III-25: Effet de la vitesse de déformation sur le 302HQ en compression et traction.

3.3. Quantification de la martensite par DRX sur un acier inoxydable biphasé (304L)

3.3.1. Effet de la vitesse de déformation en traction et compression sur le 304L

L'influence de la vitesse de déformation **(Figure III-26)** sur la cinétique de transformation de phase apparaît clairement sur cette Figure. La proportion de martensite est 25 fois plus élevée en traction par rapport au 316L et 35 fois plus élevée en compression.

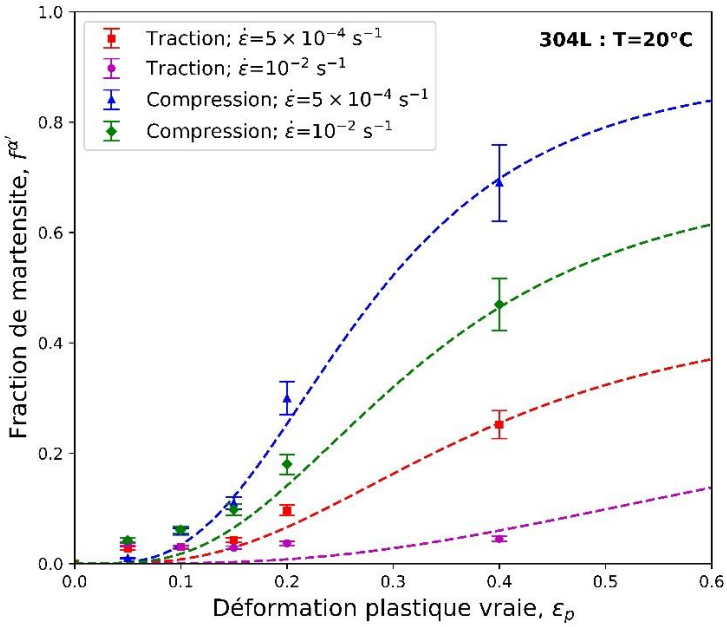

Figure III-26: Effet de la vitesse de déformation en traction et en compression sur le 304L.

En traction, l'augmentation de la vitesse de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ réduit nettement la transformation martensitique à déformation équivalente. Cette différence est attribuée à l'échauffement adiabatique dû à l'augmentation de la vitesse qui fait passer de 25% de phase transformée à 5x10^{-4} s^{-1} pour une déformation plastique vraie de $\varepsilon_p = 0.4$ à 8% de phase transformée à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$ ce qui est proche des niveaux de transformation du 302HQ à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ (Vazquez-Fernandez et al., 2019). Ces résultats sont en accord avec la littérature. Iwamoto a observé une transformation de phase de l'ordre de 20% dans les mêmes conditions pour le 304 (Iwamoto et al., 1998).

En compression, la transformation de phase est encore plus marquée. Les deux vitesses confirment que l'état de contrainte en compression favorise la transformation de phase :

- À $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$, près de 70 % de la phase est transformée pour ε = 0,4 ;
- À $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$, la fraction chute à environ 25 % pour le même niveau de déformation.

Le même effet thermique sur la transformation martensitique est également visible. Lebedev et ses collègues ont également observé des fractions similaires (Lebedev & Kosarchuk, 2000) dans un acier inoxydable austénitique type 304 sous plusieurs modes de sollicitation.

3.3.2. Effet de la température en traction sur le 304L

Les analyses en DRX confirme que l'augmentation de la température réduit de manière significative la proportion de phase transformée lors des essais de traction sur le 304L **(Figure III-27)**:

- à une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$, la fraction diminue de 25% à 20°C à 15% à $T = 50\ °C$ pour une déformations plastique vrai de $\varepsilon_p = 0.4$.
- à $T = 100\ °C$, il n'y a presque plus de transformation de phase.

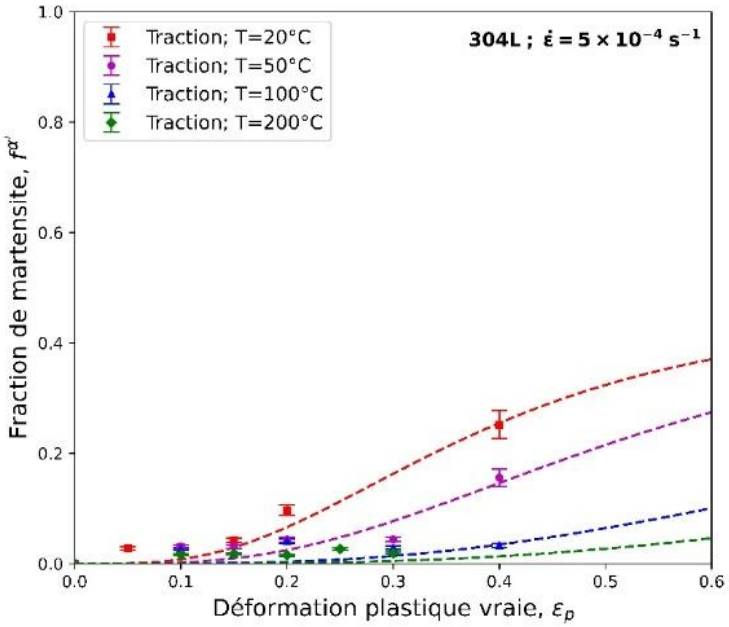

Figure III-27: Effet de la température en traction sur le 304L.

L'élévation de température réduit la nucléation et la croissance de la martensite au profit du mécanisme de déformation par glissement des dislocations.

L'augmentation de la vitesse de déformation tend à limiter la transformation **(Figure III-28a),** en raison de l'échauffement adiabatique associé. L'augmentation générale de la température d'essais a pour conséquence le même effet **(Figure III-28b).**

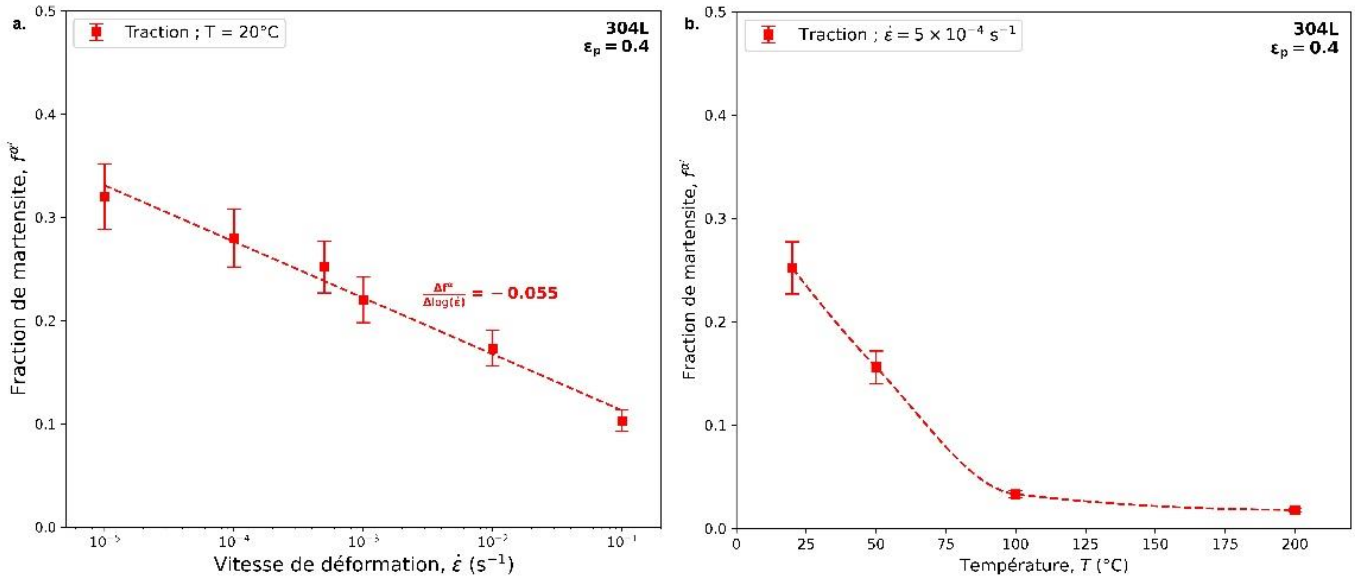

Figure III-28: a. Evolution de la fraction de martensite α' selon la vitesse de déformation et b. Evolution de la fraction de martensite α' selon la température en traction.

Les essais interrompus révèlent par ailleurs que l'évolution de la fraction de martensite suit une loi sigmoïdale. Enfin, si l'effet stabilisant du cuivre a été mis en évidence, il semble toutefois moins efficace que celui du nickel.

4. Analyses des résultats sur le laminage

Les paragraphes précédents ont démontré que le comportement mécanique des trois nuances (304L, 316L et 302HQ) à l'état de réception est très différent. L'allure des courbes de traction et compression pour le 316L et le 302HQ sont similaires tandis que celles du 304L présentent des caractéristiques distinctes.

4.1. Caractérisation mécanique et microstructuraux après le laminage à froid

Dans le but de comprendre l'effet du laminage à froid, sur le comportement mécanique et les transformations microstructurales, des échantillons de fil redressé des trois nuances ont été laminés à différents niveaux de réduction d'épaisseur, jusqu'à 60%, par passe de réduction d'épaisseur de 5%, puis sollicités en traction à $T = 20\ °C$.

4.1.1. Comportement mécanique en traction après laminage à froid

Des essais de traction sur les trois nuances laminées ont été effectués à une vitesse de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ à température ambiante **(Figure III-29)**.

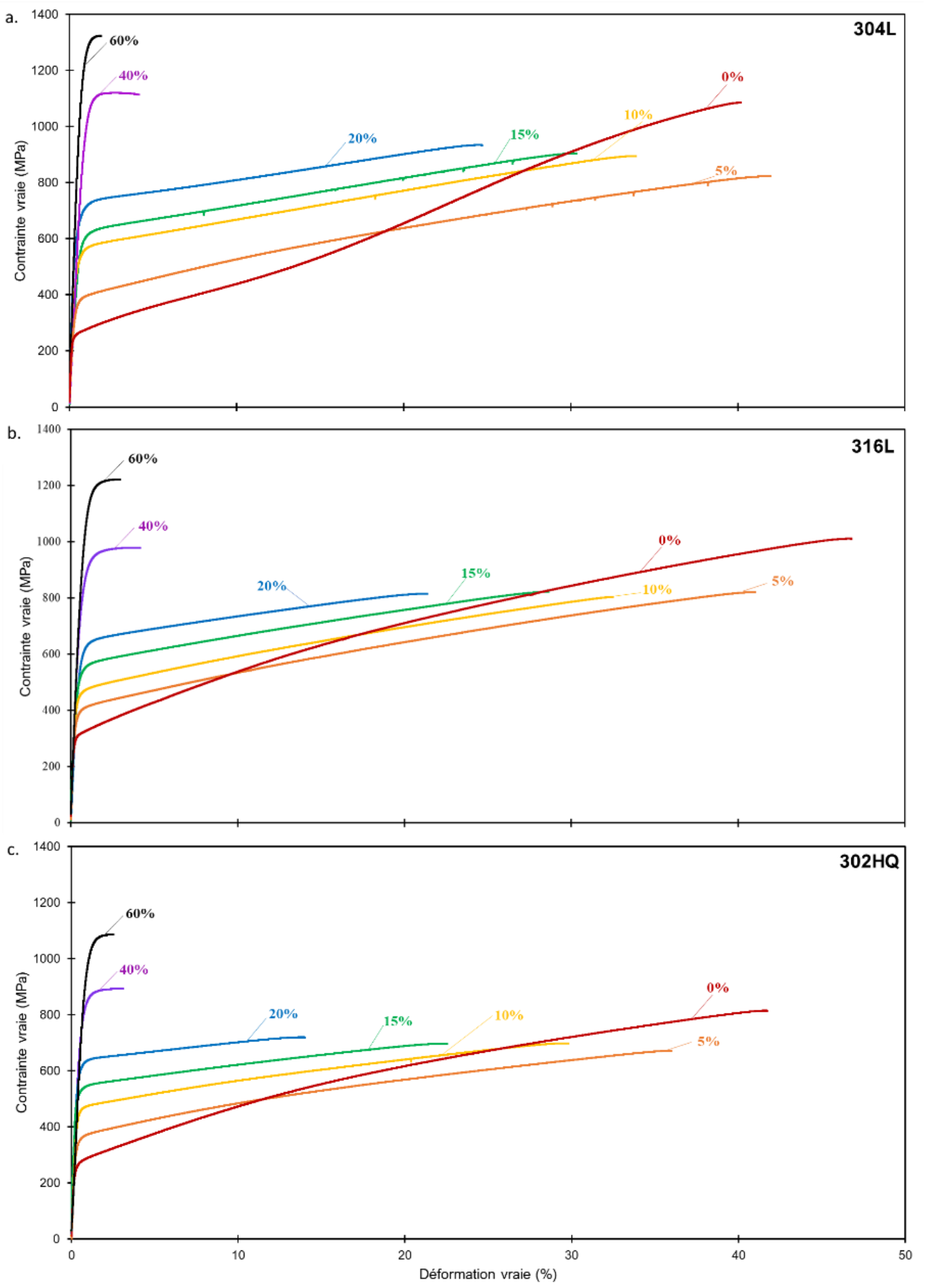

Figure III-29: Essais de traction vrais interrompus réalisés à 5x10-4 s-1 sur les nuances 304%, 316L et 302HQ laminées à 20°C et 1150 tr/min.

La **Figure III-29** présente les courbes de traction vraies pour les trois nuances étudiées après laminage à froid. Une augmentation nette de la limite d'élasticité et de la contrainte maximale est visible, ainsi qu'une chute de l'allongement à striction. Ce phénomène représente classiquement l'effet de l'écrouissage induit par le laminage (Hedayati et al., 2010; X. Li et al., 2019; Shrinivas et al., 1995; Sun et al., 2020). Les courbes présentées à la **Figure III-29a**, montrent une évolution rapide de la contrainte avec une résistance maximale dépassant les 1200 MPa après 60% de réduction d'épaisseur pour le 304L.

Les courbes de l'évolution de la limite d'élasticité de la **Figure III-29b** montrent un comportement globalement similaire pour le 316L et 302HQ, mais avec des contraintes maximales inférieures à celles du 304L pour un même taux de réduction.

Les courbes de la **Figure III-29c** montrent l'évolution de l'allongement qui a tendance à se réduire au fur et à mesure de la réduction d'épaisseur. Les courbes sont globalement assez proches mais le 302HQ est systématiquement en dessous des deux autres nuances.

Dans les trois nuances, l'augmentation du taux de réduction induit un durcissement important ainsi qu'une chute de l'allongement à rupture. Un plateau est également visible sur les trois nuances dès 40% de réduction d'épaisseur. Les différences visibles sur la contrainte traduisent l'effet de la composition chimique sur le laminage avec une austénite moins stable pour le 304L. L'évolution des caractéristiques mécaniques telles que la résistance maximale à striction Rm, la résistance élastique Re, l'allongement à rupture A% et le coefficient d'écrouissage H défini à la **Figure II-12** comme le module tangent Mt induit par le laminage est donnée dans la **Figure III-30.**

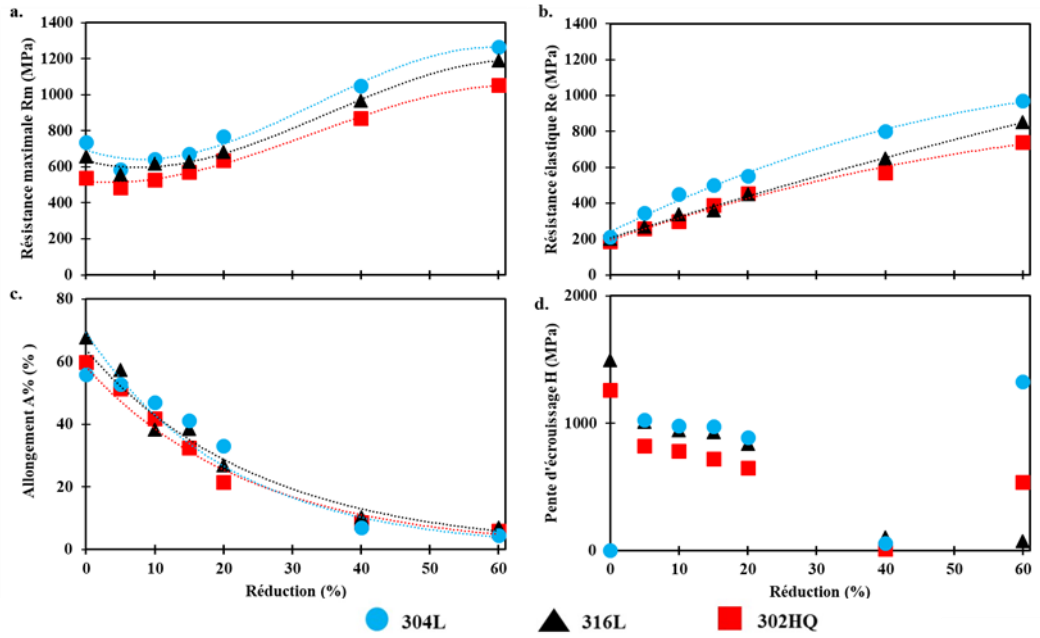

Figure III-30: Évolution des caractéristiques mécaniques du 304L, 316L et 302HQ lors du laminage à température ambiante.

Deux mécanismes principaux de durcissement sont observés :

- Durcissement par écrouissage : il se traduit par une augmentation de la limite d'élasticité et une diminution de la ductilité. Ce phénomène résulte de l'accumulation et de l'interaction des dislocations, qui créent des points d'ancrage et des obstacles au mouvement des autres dislocations, augmentant ainsi la résistance à la déformation plastique.
- Durcissement par formation de martensite α' induite par déformation : la martensite α' agit comme une phase durcissante, capable de supporter des contraintes plus élevées que l'austénite lorsqu'elle est soumise à une sollicitation mécanique.

Parmi les trois nuances étudiées, le 304L présente, pour un même taux de réduction, les limites d'élasticité et de résistance maximale les plus élevées : en moyenne +10 % par rapport au 316L et +20 % par rapport au 302HQ. L'allongement à striction, en revanche, reste comparable pour le 316L et le 304L et légèrement moindre pour le 302HQ.

Les courbes de traction du 304L montrent qu'un échantillon brut présente un changement marqué de pente d'écrouissage lors de la déformation, caractéristique de la formation de martensite α'. À partir d'une pré-déformation de seulement 5 %, cette inflexion disparaît, suggérant que cette pré-déformation suffit à inhiber la modification de pente liée à la transformation martensitique. Cela justifie une étude microstructurale approfondie sur la formation de martensite α' lors du laminage.

4.1.2. Analyse de la microstructure après le laminage à froid

4.1.2.1. Quantification de la transformation de phase sur les 3 nuances

La présence de martensite α' dans les matériaux laminés à froid et à l'état de réception a été analysée par diffraction des rayons X (DRX) et, plus localement, par EBSD dans le paragraphe suivant. Les résultats sont présentés en **Figure III-31.**

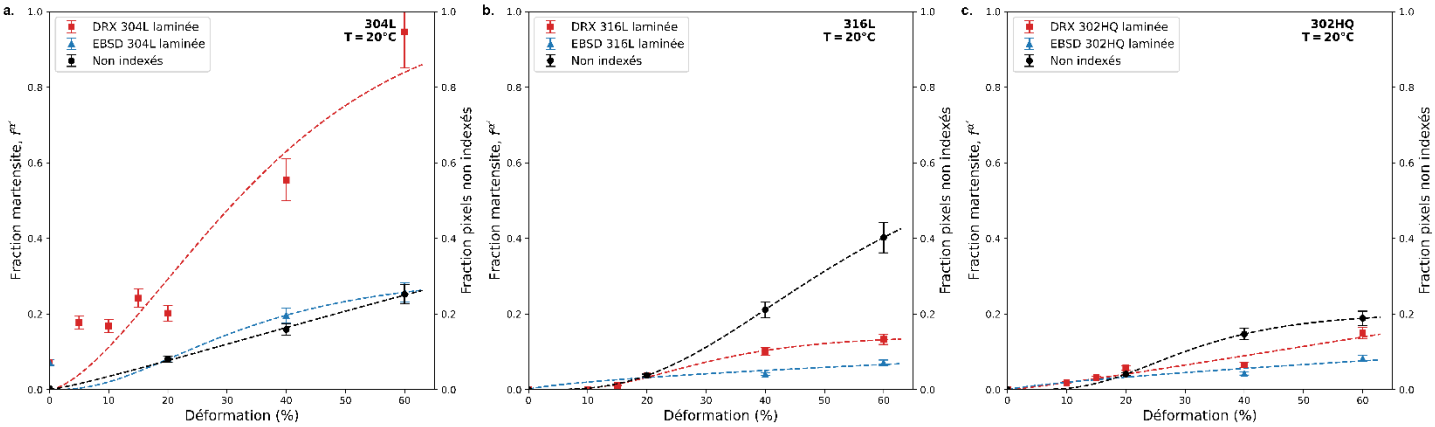

Figure III-31: Quantification de la transformation de phase lors du laminage à 20 °C sur a. le 304L, b. le 316L et c. le 302HQ.

Trois courbes sont visibles sur les 3 graphes présentant la fraction de martensite en DRX en rouge, EBSD en bleu et la fraction de martensite non indexée en noir **(Figure III-30)**. Pour les trois nuances, le nombre de pixels non indexé augmente avec la déformation traduisant une dégradation progressive de la qualité de diffraction des électrons (EBSD).

Les cinétiques mesurées par DRX sont en accord avec les données de la littérature (Iwamoto et al., 1998; Lebedev & Kosarchuk, 2000)**.** Comme attendu, la formation de la martensite en fonction du taux de réduction est nettement plus marquée pour le 304L que pour le 316L et le 302HQ. Par exemple, à 60 % de réduction d'épaisseur, plus de 90 % de martensite α' est détectée dans le 304L contre seulement environ 15 % pour le 316L et le 302HQ. Cette différence est attribuée à la teneur plus élevée en éléments γ-gènes dans ces deux dernières nuances qui stabilise l'austénite, réduit la valeur Md30/50 et favorise des mécanismes de déformation par glissement des dislocations grâce à une énergie de faute d'empilement plus élevée.

La cinétique de formation de martensite α' pour le 304L suit une allure sigmoïdale, également rapportée dans la littérature. Deux paliers peuvent être distingués. Sur le palier inférieur, une fraction non nulle de martensite α' est présente dans l'état de réception pour le 304L, probablement due à une légère déformation induite par la mise en forme des fils (malgré le traitement thermique post-procédé). Sur le palier supérieur une saturation autour de 95 %v. de martensite α', valeur également rapportée dans (Iwamoto et al., 1998) pour le 304**.**

Pour le 316L et le 302HQ, seules les données disponibles jusqu'à 60 % de réduction ne permettent pas de confirmer cette évolution sigmoïdale, et des essais à plus forte réduction d'épaisseur seraient nécessaires. C'est pourquoi du laminage à 80% de réduction d'épaisseur a été effectué sur du 316L. Cependant, la fraction indique 17% de phase martensitique, ce qui reste encore faible. Il serait intéressant de regarder à des taux de réduction plus élevés.

4.1.2.2. Cartographies EBSD sur les 3 nuances

Des cartographies EBSD réalisées en cœur d'échantillons bruts et laminés à 20 % et 60 % sont présentées en **Figure III-32** permettant de visualiser l'évolution microstructurale des aciers inoxydables austénitiques étudiés.

À faible déformation (réduction d'épaisseur < 20 %), la microstructure se compose de grains équiaxes d'austénite γ et de martensite α', cette dernière apparaissant de façon hétérogène à l'intérieur des grains.

À forte déformation (réduction d'épaisseur > 20 %), la microstructure devient nettement plus hétérogène et se caractérise par des grains d'austénite fortement allongés, imbriqués avec des amas de martensite α' allongés, non dispersés de façon homogène mais plutôt regroupés.

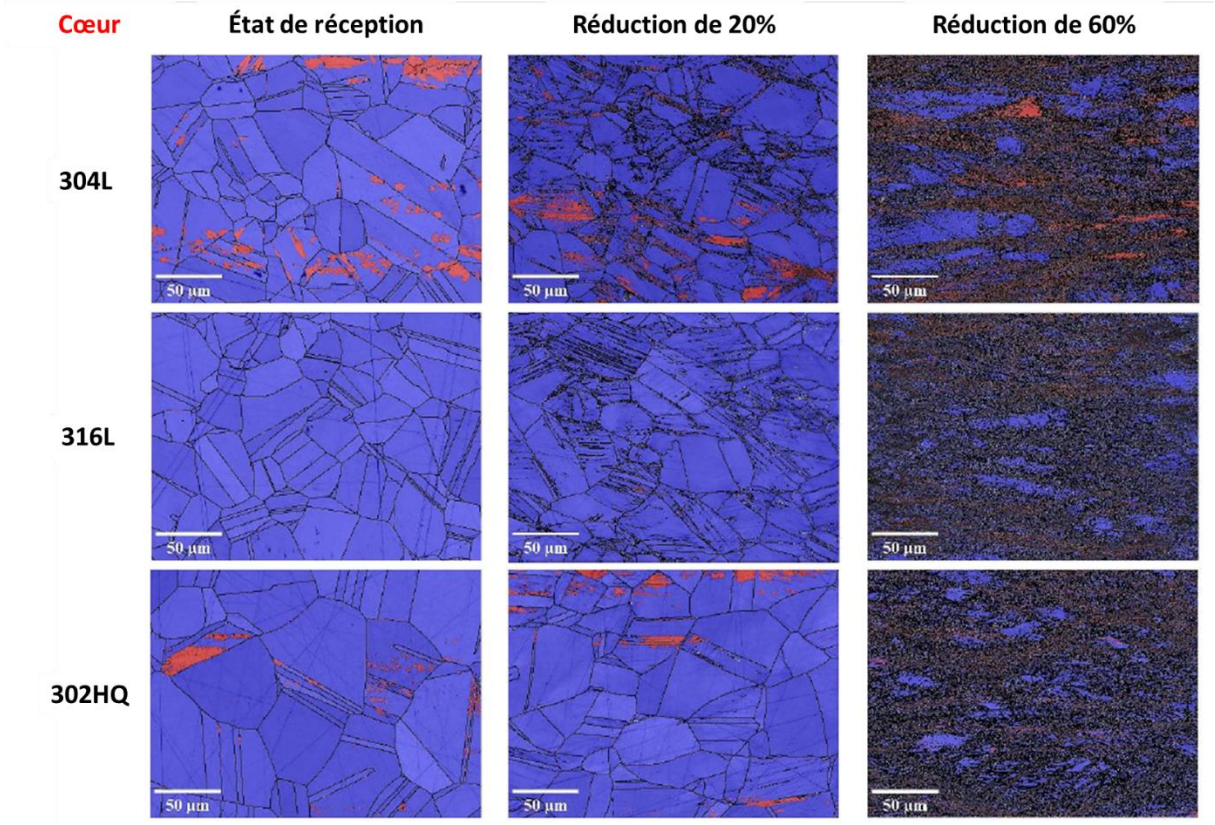

Figure III-32: Evolution de la microstructure au centre de l'échantillon lors du laminage à température ambiante.

La **Figure III-33** montre que certains grains d'austénite γ, orientés avec leur direction <111> parallèle à la direction de laminage (axe horizontal), ne contiennent pas de martensite α' et présentent une densité de dislocations particulièrement élevée. Cette orientation semble défavorable aux mécanismes classiques de déformation (maclage, TRIP), ce qui expliquerait l'absence de martensite dans ces grains.

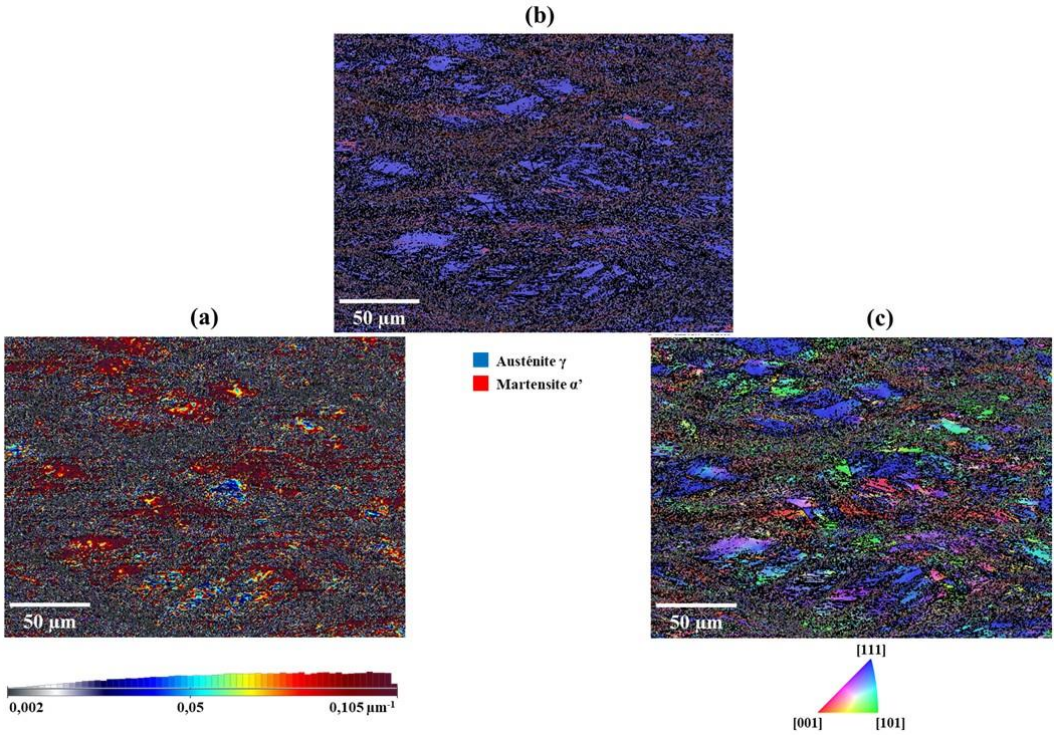

Figure III-33: Cartographie EBSD avec contraste (a) de densité de dislocation géométriquement nécessaire, (b) de phase et (c) d'orientation selon DL sur un échantillon en 302HQ laminé à froid et 60%.

L'évolution de la taille moyenne des grains **(Figure III-34)**, déterminée par la méthode planimétrique, montre une réduction progressive d'environ 40 µm à l'état brut à près de 10 µm après 60 % de réduction, toutes nuances confondues. D'une manière générale, les grains semblent plus gros au centre proche de la fibre neutre qu'à la surface proche des rouleaux. A 60% de réduction, il n'y presque plus de différences entre le centre et le bord.

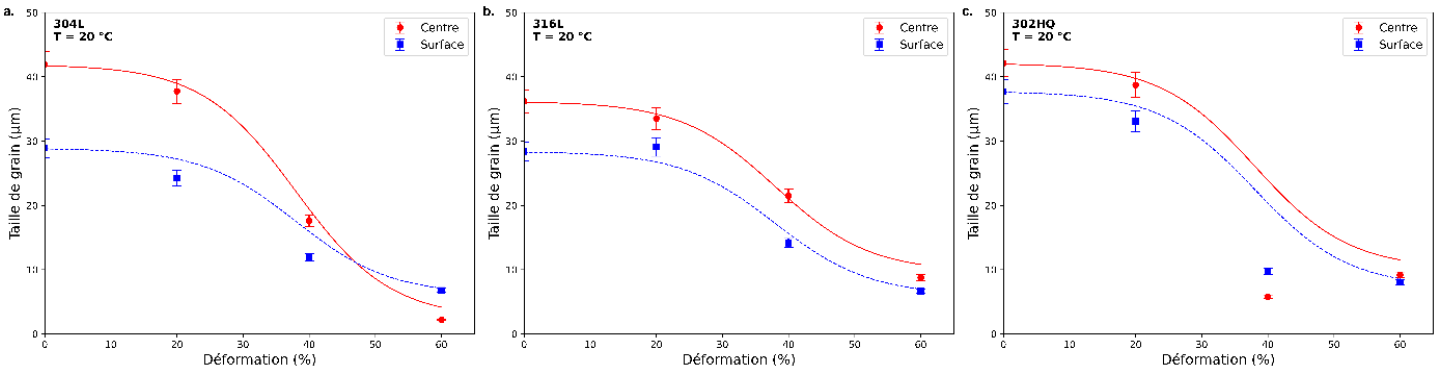

Figure III-34: Évolution de la taille de grain lors du laminage pour a. le 304L, b. le 316L et c. le 302HQ mesurée au centre de l'échantillon et la surface proche du bord.

À l'état de réception, de nombreuses macles thermiques de type Σ3 (60°/<111>) sont observées **(Figure III-35a)**, représentant 58 % des joints de macles détectés. Les joints de macles de type 60°/<111> sont surlignés en bleu foncé sur la cartographie EBSD en **Figure III-35.** Les macles thermiques visibles dans la **Figure III-35a** se forment à la suite d'une modification du système cristallin pendant le refroidissement, notamment lors d'un recuit, et sont délimitées par deux bandes parallèles avec un contraste différent due à leur orientation différente comparativement à celle du grain parent.

Après déformation (20 % de réduction), les macles mécaniques représentent 36 % des joints **(Figure III-35b)**. Elles se forment à la suite d'une contrainte exercée sur le grain avec une morphologie lenticulaire caractéristique.

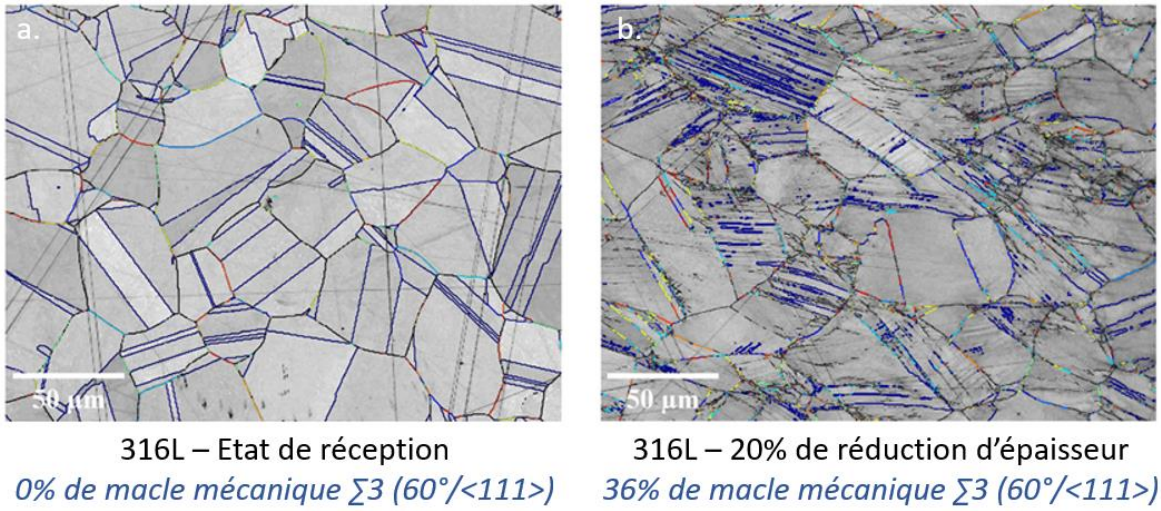

Figure III-35: Cartographies EBSD en contraste de bande montrant la microstructure d'un échantillon en 316L brut (a) et laminé à 20% (b) avec les joints de macles surlignés, notamment les joints de macles de type Σ3 en bleu foncé.

La formation initiale de martensite α' (réduction < 20 %) se localise préférentiellement au niveau de ces macles mécaniques. La **Figure III-36** illustre clairement ce phénomène, la mesure de désorientation confirmant la nature Σ3 (60°/<111>) des macles. En effet, la désorientation tracée en **Figure III-36b.**le long de la ligne blanche en **Figure III-36a** montre qu'il s'agit bien de macles mécaniques de type Σ3 puisque leur désorientation par rapport au grain de référence est de 60°.

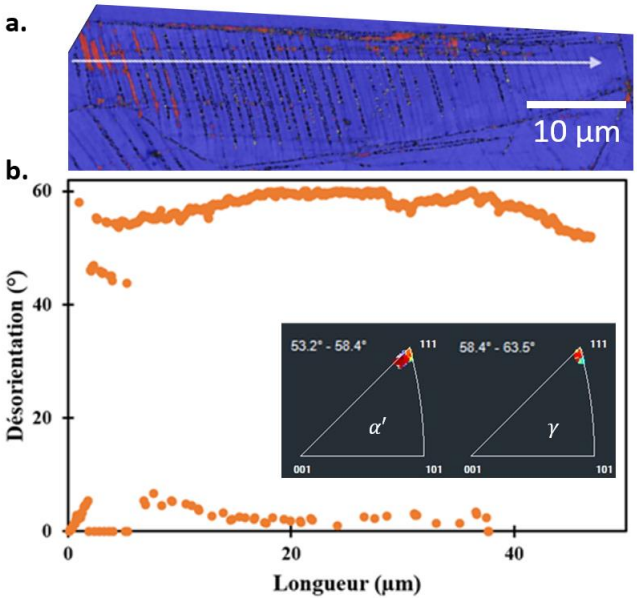

Figure III-36:: Cartographie EBSD en contraste de phase montrant la formation de martensite α' au niveau de macles mécaniques Σ3. a. Désorientation mesurée le long de la ligne blanche. b. Graphe confirmant que les macles observées sont de type Σ3.

4.1.2.3. Evolution des contraintes résiduelles

Les contraintes résiduelles longitudinales après laminage, en fonction du taux de réduction d'épaisseur mesurées par DRX pour chaque nuance étudiée sont présentées en **Figure III-37.**

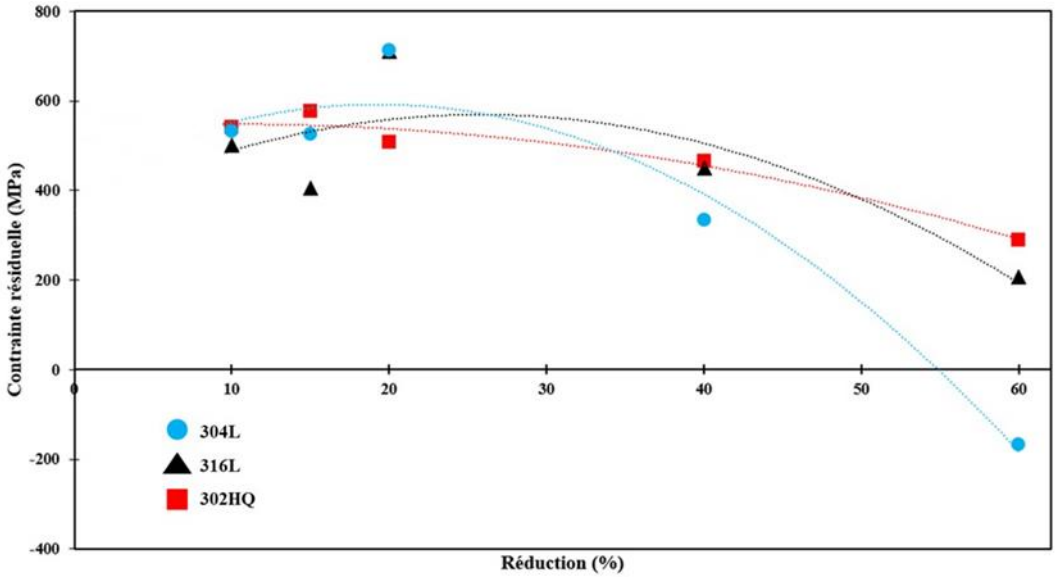

Figure III-37: Évolution de la contrainte résiduelle longitudinale de la phase austénitique lors du laminage à température ambiante.

Les contraintes résiduelles sont des contraintes internes, statiques et auto-équilibrées, présentes dans un matériau en l'absence de chargement extérieur. Elles peuvent être générées par toute hétérogénéité de déformation introduite lors d'un procédé de mise en forme. Leurs mesures sont essentielles, car elles s'ajoutent aux sollicitations mécaniques en service et peuvent influencer les propriétés mécaniques et notamment la tenue en service du matériau.

Pour les trois nuances, un laminage d'environ 20 % induit des contraintes résiduelles maximales en traction, comprises entre 600 et 700 MPa. Au-delà de ce taux, les contraintes diminuent avec l'augmentation de la réduction, jusqu'à atteindre :

- environ 200 MPa en compression pour le 304L
- environ 200 MPa en traction pour le 316L et le 302HQ.

Le 302HQ présente la plus faible variation des contraintes résiduelles, ce qui pourrait expliquer une meilleure aptitude à la mise en forme. Cette stabilité pourrait être liée à la présence de cuivre dans l'alliage.

4.1.2.4. Comportement mécanique après laminage à froid et traitement thermique de relaxation des contraintes

Les échantillons laminés à froid à 20, 40 et 60 % de réduction d'épaisseur ont été soumis à un traitement thermique de relaxation sous vide primaire, à 450 °C pendant 2 heures. L'objectif était de relâcher les contraintes induites par l'écrouissage, afin d'isoler l'effet du durcissement lié à la martensite α' formée pendant le laminage.

La température de 450 °C a été choisie pour éviter toute modification significative de la microstructure : croissance des grains, précipitation de carbures ou réversion de la martensite α' en austénite γ. La fraction de martensite α' avant et après traitement, mesurée par DRX sur des échantillons laminés à 60 %

(Figure III-38), reste inchangée dans la marge d'erreur de la méthode (± 5 %), confirmant la pertinence des conditions retenues.

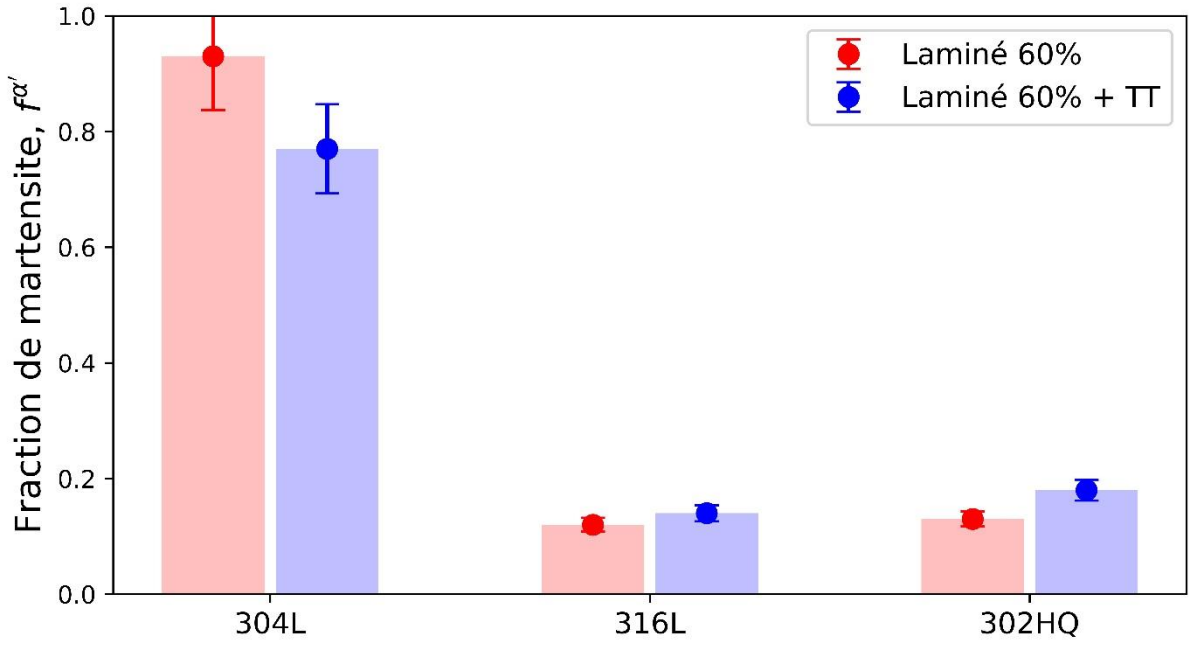

Figure III-38: Proportion de martensite avant et après le traitement thermique.

Des mesures complémentaires de contraintes résiduelles **(Figure III-39)**, réalisées sur des échantillons de 316L et 302HQ laminés à 60 %, montrent que les contraintes initialement élevées sont largement relâchées, passant même en compression. Une vérification par MET de la densité de dislocations permettrait toutefois de confirmer l'élimination effective du durcissement par écrouissage.

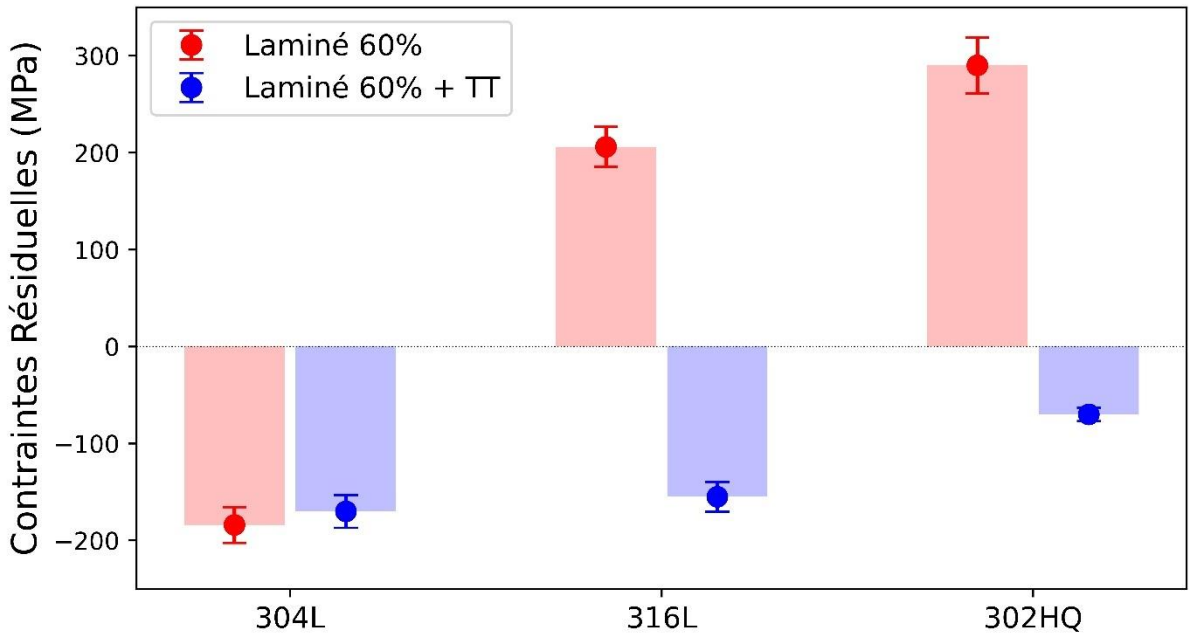

Figure III-39: Analyse complémentaire des contraintes résiduelles.

Enfin, des essais de traction ont été réalisés sur les échantillons laminés et traités thermiquement **(Figure III-40)**. Malgré des ruptures hors extensomètre sur certains échantillons, les valeurs de résistance maximale Rm, de limite élastique Re et d'allongement à rupture A% ont pu être exploitées. Les résultats montrent une amélioration simultanée de la résistance et de la ductilité. Par exemple, le 302HQ laminé à 60 % passe d'une Rm de 1052 à 1517 MPa et d'un A% de 6 % à 10 %.

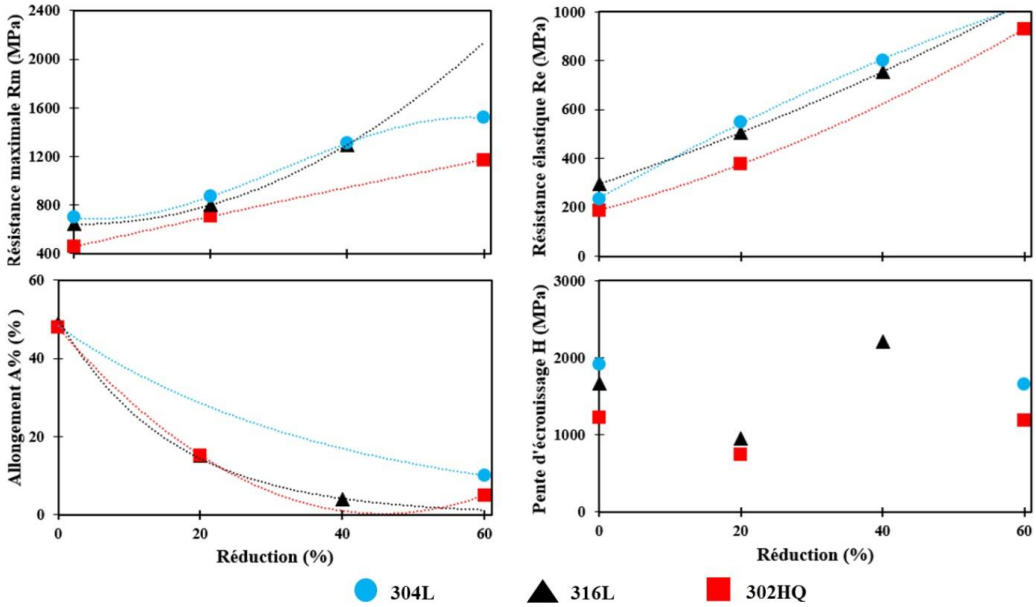

Figure III-40: Caractéristiques mécaniques après le laminage à température ambiante et revenu à 450°C.

Ces observations soulignent l'importance de la martensite α' dans le durcissement après laminage. Sa fraction doit être contrôlée : une teneur excessive, combinée à l'écrouissage, peut détériorer les propriétés mécaniques globales des aciers inoxydables austénitiques.

4.2. Influence de la température de laminage

Afin d'étudier l'effet de la température sur le laminage, une étuve chauffée à 110°C a été utilisée pour chauffer des échantillons des 3 nuances, avant de les déformer par laminage jusqu'à 80% de réduction d'épaisseur à approximativement 100°C. Les échantillons ont ensuite été analysés par DRX et par EBSD (**Figure III-41).**

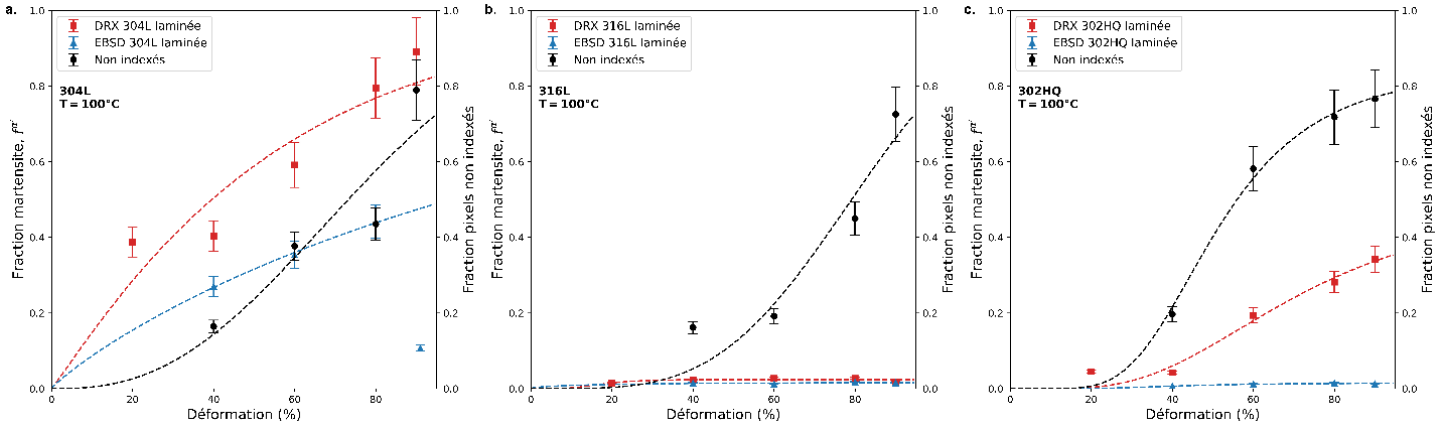

Figure III-41: Quantification de la transformation de phase lors du laminage à 100 °C sur a. le 304L, b. le 316L et c. le 302HQ.

Les cinétiques obtenues par DRX pour le laminage à chaud confirment les tendances observées précédemment sur les échantillons laminés à froid. La formation de martensite α' en fonction du taux de réduction est nettement plus importante pour le 304L que pour le 316L et le 302HQ. Par exemple, à 60 % de réduction, le 304L contient environ 60 %v. de martensite α', contre seulement 2 %v. pour le 316L et le 302HQ. Cette différence s'explique par une énergie de faute d'empilement plus élevée et une stabilité accrue de l'austénite γ dans le 316L et le 302HQ, liée à leur teneur plus importante en éléments d'alliage γ-gènes.

Pour le 304L, la cinétique de transformation présente également une allure sigmoïdale, avec un palier supérieur atteignant environ 95 % de martensite α'. Toutefois, par rapport au laminage à froid, la transformation est plus lente : un 304L laminé à froid à 60 % atteint 94 % de martensite α', contre seulement 60 % lorsqu'il est laminé à chaud à même réduction. Cette différence s'explique par l'augmentation de la température, qui accroît avec la déformation nécessaire à l'initiation de la transformation martensitique **(Figure I-25).**

Lors de l'opération laminage à 100 °C, le 316L ne forme pratiquement pas de martensite α', même à 90 % de réduction, les fractions mesurées restant inférieures à l'erreur de mesure du DRX (5 %). Le comportement du 302HQ diffère de celui observé à froid : il commence à former de la martensite α' de manière notable au-delà de 40 % de réduction, atteignant environ 35 %v. à 90 % de réduction d'épaisseur. Ces résultats indiquent que le pouvoir γ-gène du cuivre est moins efficace que celui du nickel pour stabiliser l'austénite à haute température, contrairement à certaines affirmations de la littérature [(Gilapa et al., 2015; Nohara et al., 1976; Ray, 2016; Sohrabi et al., 2020)], qui attribuent au cuivre un effet équivalent ou même trois fois supérieur à celui du nickel.
Il est cependant à noter que la comparaison directe entre le 316L et le 302HQ est difficile en raison des proportions en nickel différents de plus des études ont aussi démontrées que le molybdène a également un effet stabilisant (Ahmed et al., 1994).

Des cartes EBSD ont également été prises au cœur des échantillons laminés à 40, 60 et 80% de réduction d'épaisseur **(Figure III-42).**

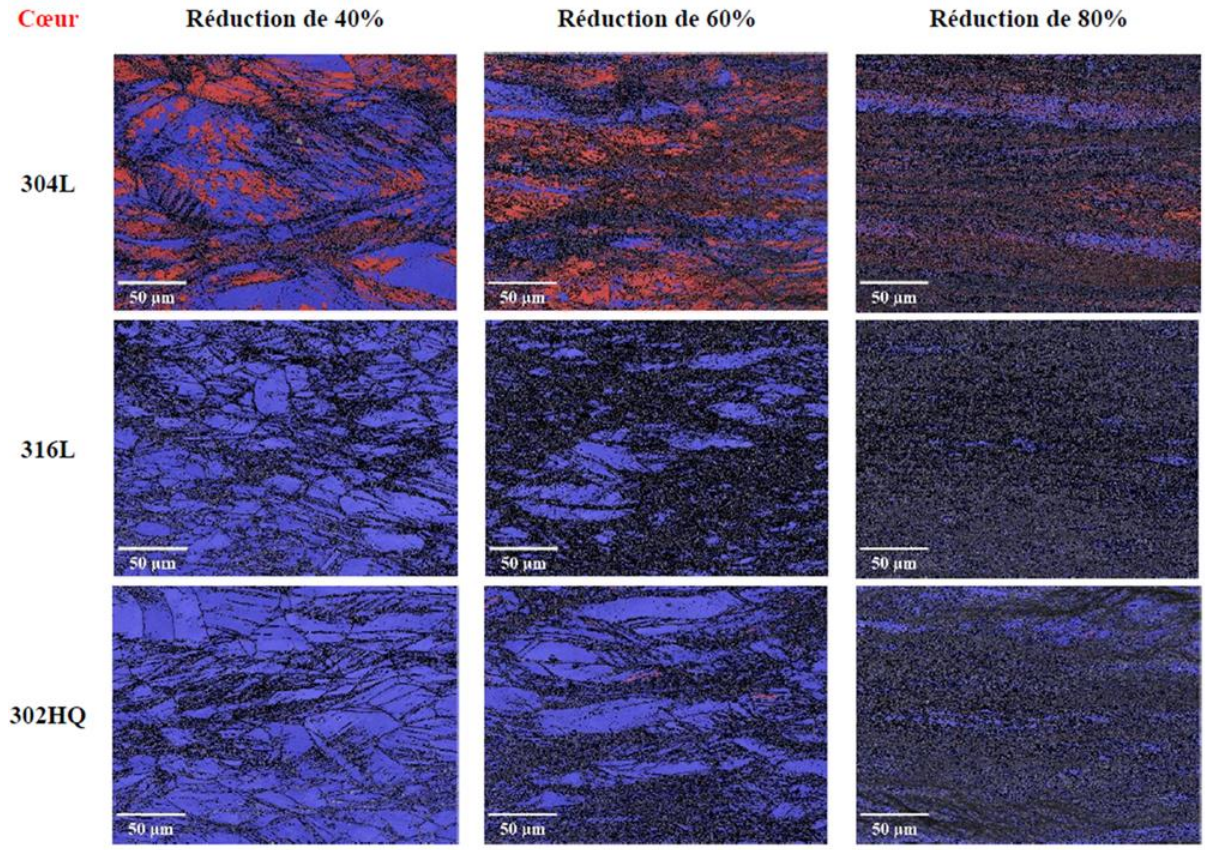

Figure III-42: Cartographies EBSD avec contraste de phase (austénite γ en bleu et martensite α' en rouge) montrant l'évolution de la microstructure en cœur d'un fil laminé à 100°C en 304L, 316L et 302HQ en fonction du taux de réduction.

Comme il a été décrit précédemment lors du laminage du 304L à 20 °C, la martensite α' se forme de manière hétérogène à l'intérieur des grains d'austénite γ équiaxes jusqu'à donner une microstructure hétérogène composée d'une superposition de grains allongés et déformés d'austénite γ et d'amas de martensite α'. Également, il semblerait, que les grains d'austénite γ, qui ont leurs directions <111> orientées préférentiellement selon la direction de laminage ne sont pas favorablement orientés pour accommoder les sollicitations mécaniques extérieures puisqu'ils ont une densité de dislocations importante**.** En revanche, cette observation apparaît moins fréquemment lors du laminage à 100 °C, l'élévation de la température favorisant l'activation du glissement des dislocations au détriment du mécanisme de déformation par maclage, d'autant plus que la température de mise en forme est supérieure à la température critique Md30/50 **(Figure III-43)**.

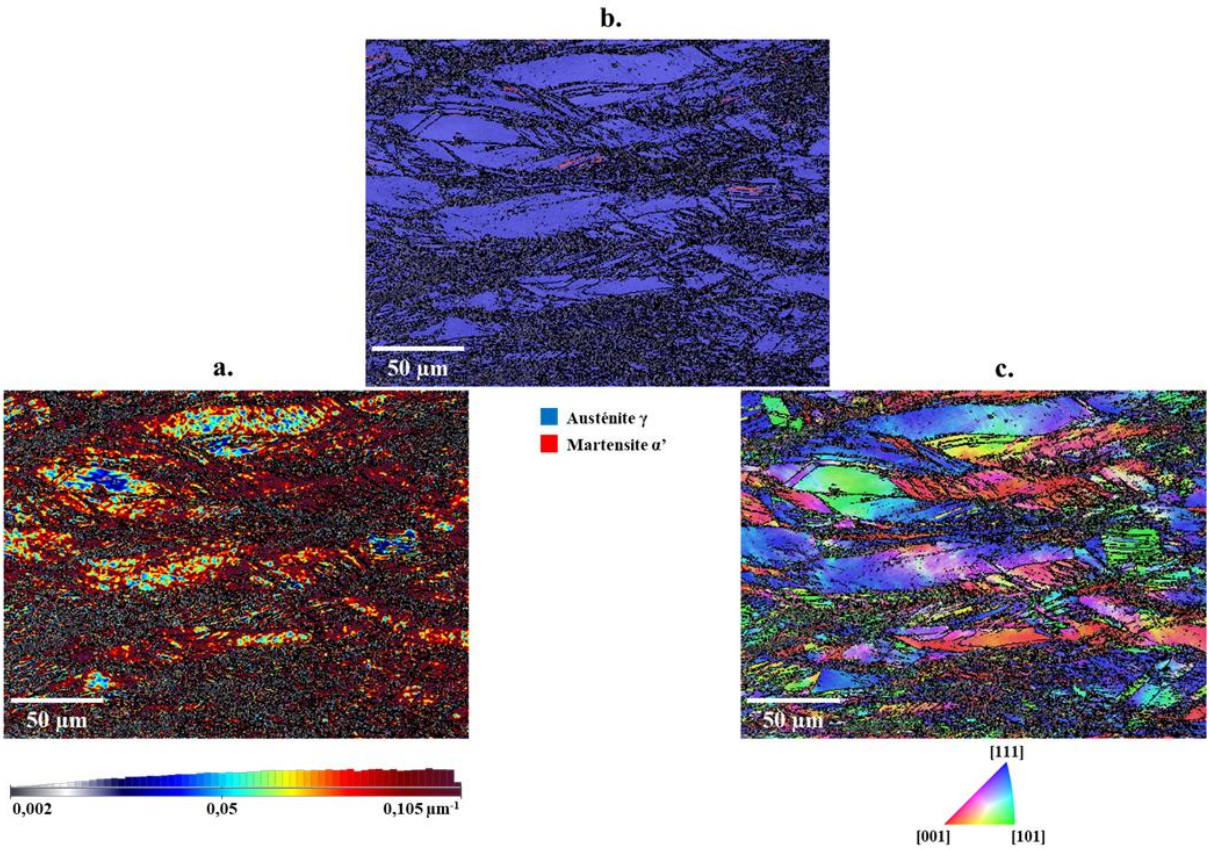

Figure III-43: Cartographie EBSD avec contraste a. de densité de dislocation géométriquement nécessaire, b. de phase et c. d'orientation selon DL sur un échantillon en 302HQ laminé à 100 °C et 60%.

La formation de martensite α' à partir de macles mécaniques de type Σ3 n'a pas pu être vérifiée de manière aussi rigoureuse que pour le laminage à froid. En effet, les observations se sont principalement faites sur des échantillons trop déformés (laminés à 40% ou plus) pour réussir à montrer la présence de macles et leurs types à partir des désorientations. La **Figure III-43** montre une forte densité de dislocation. Les grains sont orientés majoritairement suivant la direction [111], ce qui se traduit par une absence de transformation de phase.

4.3. Analyse fine de la formation de la martensite lors du laminage 20 °C du 304L

Il a été démontré que la température a un impact direct sur la fraction de martensite transformée lors du laminage. L'objectif de ce point est d'étudier l'impact direct des rouleaux sur la transformation de phase. Pour ce faire, des cartes EBSD en multi-mapping ont été effectuées en contraste de phases afin d'observer l'évolution de la transformation martensitique le long de l'épaisseur de l'échantillon **(Figure III-44)**.

La **Figure III-44a**, montre la carte en contraste de phase pour l'échantillon après 20% de réduction d'épaisseur, la **Figure III-44b** la carte après 40% de réduction d'épaisseur et la **Figure III-44c** la carte pour 60% de réduction d'épaisseur. La surface de l'échantillon est sur la gauche alors que le trait en pointillé en rouge indique le centre de l'épaisseur des échantillons.

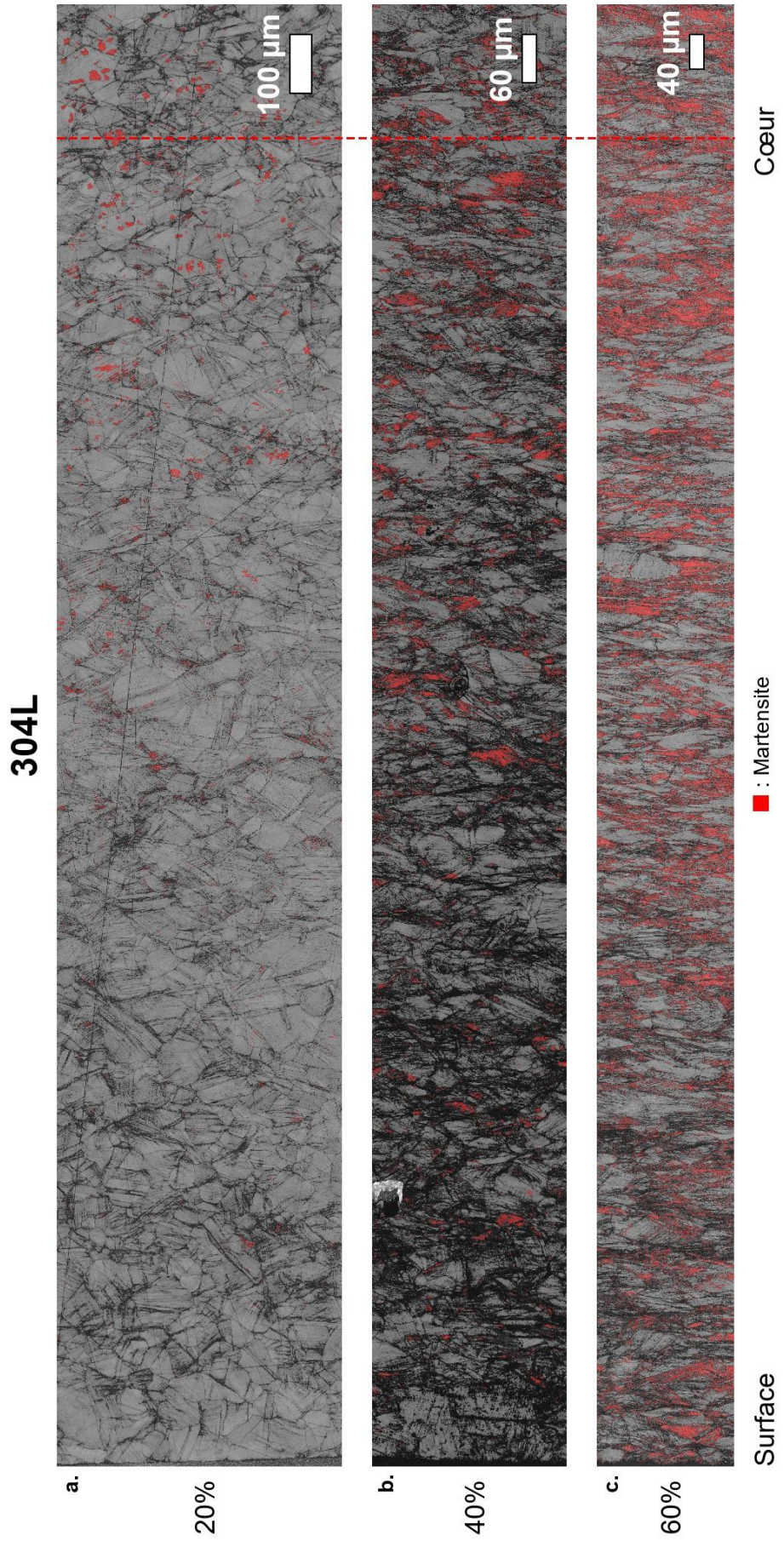

Figure III-44: Fraction de martensite (en rouge) sur l'épaisseur mesurée par cartographies EBSD multi-maps : a. laminage à froid à 20 %, b. laminage à froid à 40 % et c. laminage à froid à 60 % du 304L.

À une réduction d'épaisseur de 20% (**Figure III-44a**), une formation modérée de martensite est détectée jusqu'à environ 1 mm de profondeur. À partir de 1,2 mm, la fraction volumique de martensite augmente pour atteindre environ 4,5 % au centre de l'échantillon.

La distribution de la phase martensitique semble légèrement plus homogène pour une réduction de 40 % (**Figure III-44b**). La martensite est alors visible à proximité de la surface, avec une fraction volumique de 2,5 %, tandis que cette fraction atteint 19,4 % au centre de l'échantillon laminé.
Pour une réduction d'épaisseur de 60 % (**Figure III-44c**), la martensite est présente dès les tout premiers micromètres sous la surface ; toutefois, cette figure montre que la fraction volumique augmente progressivement de la surface vers le centre de l'échantillon laminé.

Les courbes de transformation martensitique en fonction de la profondeur normalisée pour des échantillons laminés à 20 %, 40 % et 60 % **(Figure III-45)** mettent en évidence le gradient de transformation de phase. Ces courbes ont été obtenues à partir d'une analyse approfondie de la **Figure III-44**. Les images ont été segmentées en une série de zones rectangulaires de 50 pixels de hauteur dans la direction de l'épaisseur et de largeur égale à celle de l'image.

Chaque point des courbes représente la valeur moyenne de la fraction martensitique de la zone correspondante et est reporté sur l'axe des ordonnées. L'axe des abscisses correspond à la distance par rapport à la surface, normalisée par la demi-épaisseur des échantillons laminés. Les pixels non indexés (en noir) ont été considérés comme appartenant à la phase austénitique (en gris).

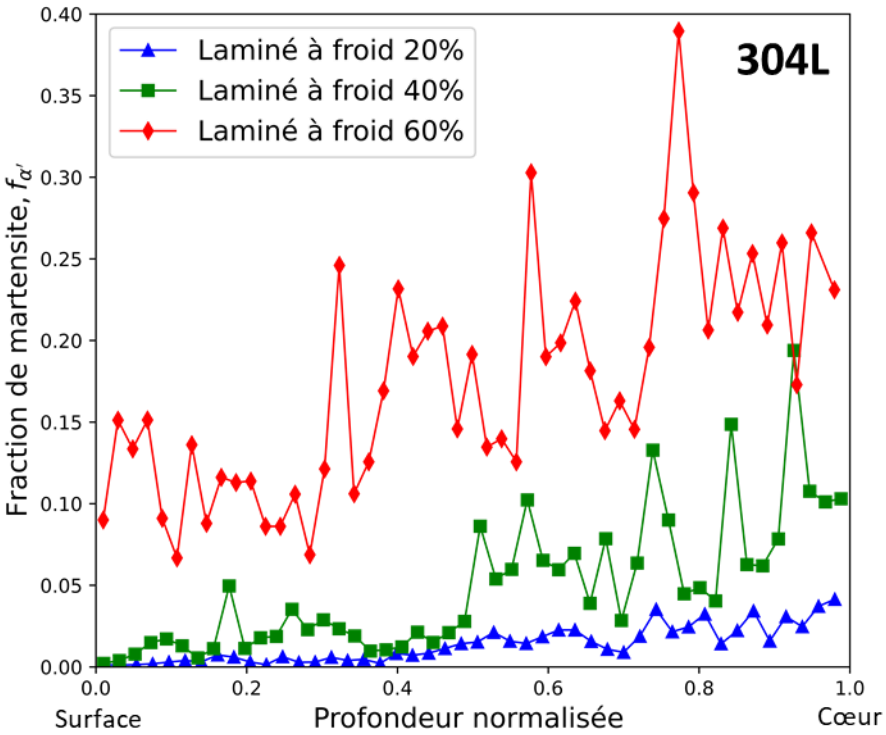

Figure III-45: Évolution de la martensite en fonction de la profondeur normalisée pour les échantillons laminés à froid à 20%, 40% et 60% du 304%.

Plusieurs travaux récents (Järvenpää et al., 2017, 2019; Man et al., 2016) ont montré que pour les aciers inoxydables austénitiques, il est possible d'obtenir après déformation plastique une ségrégation des éléments chimiques pouvant provoquer une hétérogénéité et une fraction martensite plus importante vers la ligne centrale. Pour vérifier l'hypothèse de Järvenpää, des analyses chimiques par EDS ont été réalisées sur les échantillons non déformés et déformés jusqu'à 60 % de réduction, le long de l'épaisseur. Aucune ségrégation ou différence de composition chimique n'a pu être relevée à travers la section des fils (Järvenpää et al., 2017, 2019).

Les résultats des analyses réalisées dans ce travail indiquent que l'échauffement adiabatique particulièrement marqué près des rouleaux du fait de la présence d'une contrainte de cisaillement limite la transformation de l'austénite en martensite. Ce point sera développé dans le **Chapitre 4.**

4.4. Influence de la vitesse de déformation lors du laminage

Des mesures par diffraction des rayons ont été effectuées sur des échantillons laminés à 500 tr/mins contre 1150 tr/min initialement afin d'observer l'évolution de la fraction de martensite **(Figure III-46).**

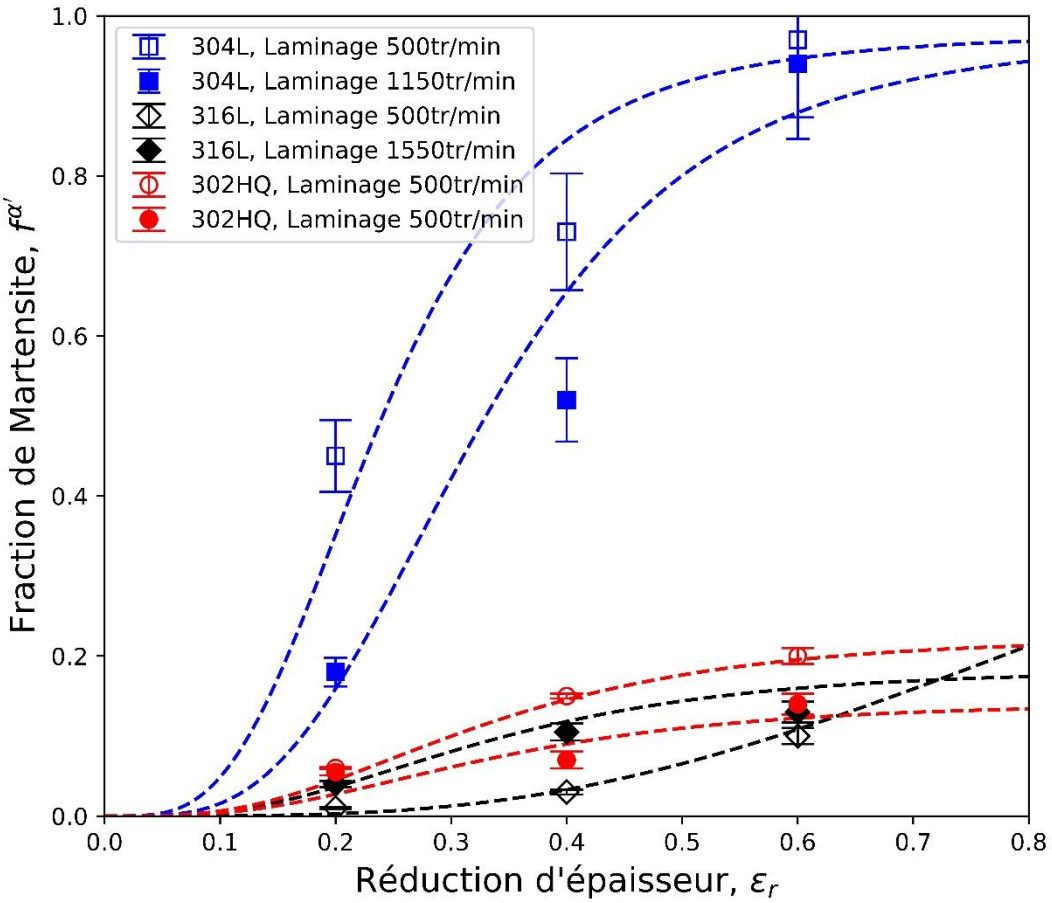

Figure III-46: Influence de la vitesse de laminage sur les trois nuances étudiées.

La variation de la vitesse de rotation des rouleaux de 1150 tr/min à 500 tr/min influence de manière significative la cinétique de formation de la martensite α', et cet effet est particulièrement marqué pour le 304L, ce qui est en accord avec les essais de traction et de compression.

En effet, pour cette nuance, une réduction de vitesse conduit à une fraction de martensite α' de 0,97 à 500 tr/min contre 0,94 à 1150 tr/min. Mais l'écart le plus important est à 20% de réduction avec une valeur de 0,45 contre 0,18 à 11560 tr/min. Cette différence est cohérente avec la diminution de l'échauffement adiabatique à plus basse vitesse, limitant la stabilisation de l'austénite et favorisant la transformation martensitique.

Pour le 316L et le 302HQ, la fraction de martensite reste faible quelle que soit la vitesse de rotation des rouleaux. Cependant, l'effet reste perceptible à 60 % de réduction pour le 302HQ avec une valeur 0,20 à 500 tr/min contre 0,14 à 1150 tr/min. L'écart est plus marqué aux grandes réductions d'épaisseurs, confirmant que la vitesse de laminage agit dès les premiers pourcentages de déformation où la compétition entre échauffement et nucléation martensitique est la plus sensible. Le 316L suit cette tendance dans une moindre mesure.

5. Discussion

L'analyse des courbes de traction et compression présentées dans ce chapitre révèle des différences fondamentales dans les mécanismes de déformation et les évolutions microstructurales des trois nuances d'acier inoxydable austénitique (304L, 316L, 302HQ), directement corrélées à leur composition chimique, c'est-à-dire leur stabilité austénitique, et aux conditions de sollicitation (vitesse de déformation, température, mode de sollicitation). Ces différences se traduisent par des comportements mécaniques distincts notamment pour l'écrouissage mécanique, qu'il est important de considérer lors d'opérations de mise en forme et qui pourront guider le choix des matériaux en fonction des applications industrielles.

5.1. Comportement mécanique, mécanismes de déformation et stabilité microstructurale

Les courbes de comportement mécanique dans le domaine de la déformation plastique se caractérisent par un fort taux d'écrouissage conforme à cette classe de matériaux. Pour le 302HQ et 316L, les courbes de traction/compression sont lisses, sans point d'inflexion **(Figure III-1** et **Figure III-9**), c'est-à-dire que l'évolution de l'écrouissage est progressive et continue. La réalisation d'essais interrompus et les résultats des analyses par EBSD, particulièrement la variation des macles Σ3 et KAM, ont permis d'extraire des informations pour l'identification des mécanismes de déformation en fonction de la déformation. Celles-ci ont pu mettre en évidence une contribution importante du mécanisme de glissement des dislocations pour les faibles valeurs de déformation puis une contribution plus marquée du mécanisme de maclage pour les valeurs plus élevées de la déformation, des mécanismes déjà rapportés dans la littérature. Lors de sollicitations uniaxiales de traction et de compression, le 316L, dont la valeur d'énergie de faute d'empilement $SFE \approx 45\, mJ/m^2$, et le 302HQ, pour lequel $SFE \approx 20 - 25\, mJ/m^2$, conservent une microstructure austénitique stable, avec une fraction de martensite négligeable ($< 2\,\%$), même après de fortes déformations. Cette stabilité est attribuable à la teneur élevée en éléments γ-gènes que sont le Ni et le Mo pour le 316L, et le Cu pour le 302HQ. Suivant la formule du Nickel et Chrome équivalent du Kotecki et Siewert on obtient le **Tableau III-15** suivant (Kotecki & Siewert, 1992) :

Tableau III-15: Formule Nickel et chrome équivalent suivant les formule de Koteki et Siewert (Kotecki & Siewert, 1992).

Nuances	316L	302HQ	304L
Ni_{eq}	14,5 %	16,1 %	11,9 %
Cr_{eq}	18,15 %	18,2 %	18,3 %
Ni_{eq}/ Cr_{eq}	0,8	0,88	0,65

Le **Tableau III-15** montre que le rapport Ni_{eq}/ Cr_{eq} donne déjà des indications sur la tendance qu'un acier peut avoir à former la phase martensitique par l'effet TRIP.

Comparativement au 316L et 302 HQ, les courbes de comportement du 304L en traction et compression uniaxiale présentent une inflexion au-delà de 10-15% de déformation plastique pour les essais réalisés à basses températures et faibles vitesses de déformation (**Figure III-1** et **Figure III-7**). Ce point d'inflexion a pu être imputable à la progressive transformation de l'austénite en martensite (Olson & Cohen, 1975). L'ensemble des observations EBSD confirme que la cinétique de transformation martensitique de cet acier inoxydable austénitique (**Figure III-23**) dépend fortement de la vitesse de déformation, de la température

et du mode de sollicitation. Une augmentation de la vitesse limite la fraction transformée par effet thermique, favorisant le mécanisme de déformation par glissement des dislocations au détriment du TRIP, tandis que les basses vitesses intensifient la transformation $\gamma \rightarrow \alpha'$, accroît la densité de dislocations et augmente les GND. L'élévation de température au-delà de la température Md30/50 empêche la transformation de l'austénite, réduit la désorientation locale et retarde la réduction des joints Σ3. Nos résultats confirment que la compression, comparée à la traction, accélère la transformation martensitique et que la contrainte hydrostatique tend à promouvoir (le maclage) et la transformation martensitique, traduisant un état de contrainte plus favorable au TRIP.

La transformation martensitique massive (jusqu'à 90 % de martensite α' après un laminage à froid à 60 % de réduction) a été attribuée à la faible énergie de faute d'empilement ($SFE \approx 14\, mJ/m^2$) du 304L, ce qui explique son durcissement marqué et sa résistance mécanique élevée ($Rm > 1200\, MPa$). Malgré un taux de martensite élevé, cette nuance se caractérise également par un allongement à striction équivalent à l'allongement à striction du 316L. Les analyses microstructurales par DRX et EBSD permettent de mettre en évidence que cette transformation de l'austénite en martensite est initiée dès $\varepsilon \approx 0{,}1\, ou\, 0{,}15$, et la diminution rapide des joints de macles Σ3 (de 58 % à 13 % pour $\varepsilon = 0{,}1$ à $0{,}4$, **Tableau III-9**). Les macles Σ3 agissent ici comme des sites de nucléation privilégiés pour la martensite, en accord avec les travaux de Shen et al. (2012) et Li et al. (2019). Le schéma ci-dessous **(Figure III-47)** résume l'influence de l'évolution microstructurale sur le comportement du 304L.

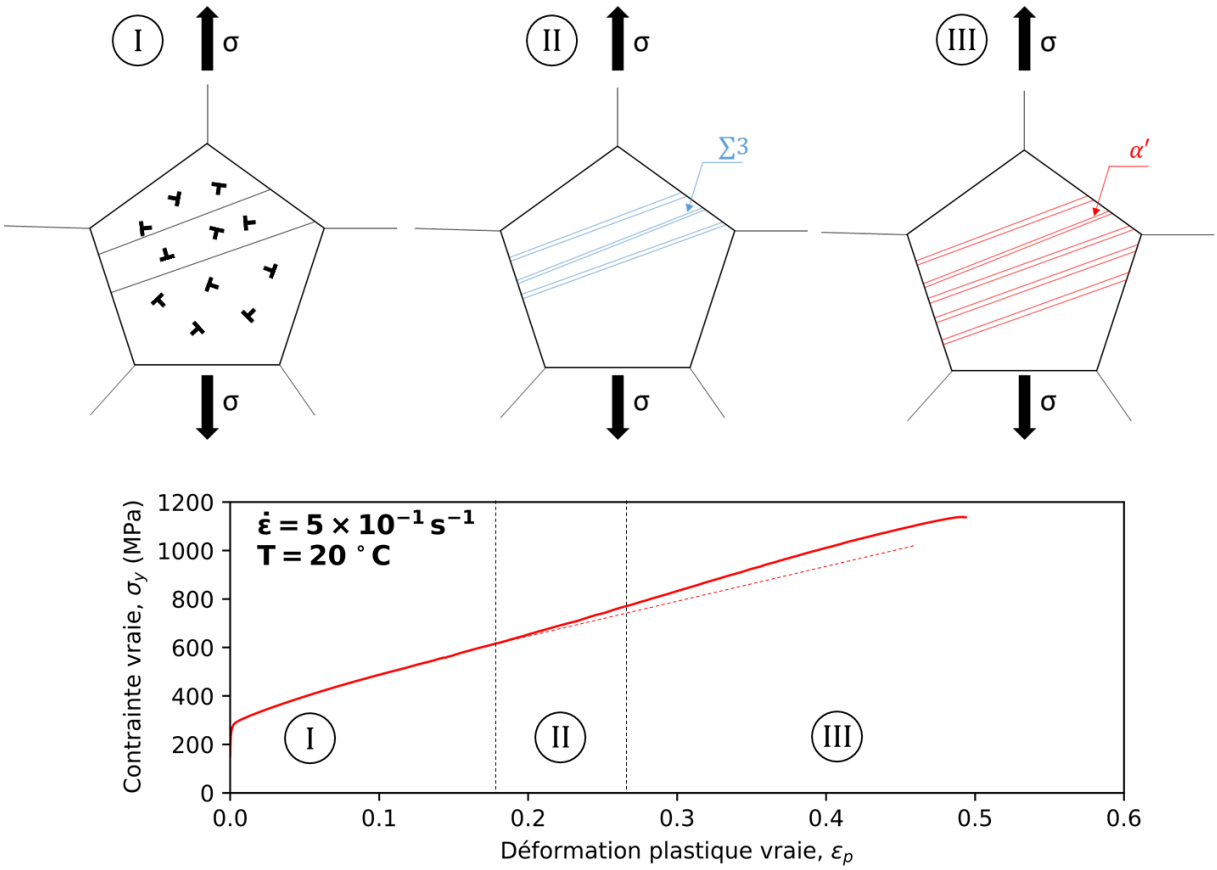

Figure III-47: Schéma du mécanisme de transformation martensitique induite par déformation sur un essai de traction réalisée à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\, s^{-1}$ *et* $T = 20\, °C$.

5.2. Influence de la vitesse de déformation et de la température sur la transformation martensitique

L'effet de la vitesse de déformation sur la transformation martensitique est particulièrement marqué pour le 304L. Une augmentation de la vitesse (de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\, s^{-1}$ à $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\, s^{-1}$) réduit significativement la fraction de martensite (de 25 % à 8 % pour $\varepsilon = 0{,}4$, Figure III-26). Ce résultat a été expliqué par l'échauffement adiabatique ($\Delta T \approx 20 \text{à } 30\,°C$), qui augmente localement la température au sein du matériau au-delà de la température MD30/50, et favorise le mécanisme de déformation par glissement des dislocations plutôt que la transformation TRIP. Ce phénomène est confirmé par la diminution du KAM **(Figure III-19)**, ce qui est en accord avec les travaux de Talonen (Talonen, 2007). À l'inverse, une basse vitesse de déformation favorise la nucléation de la martensite, comme observé en compression **(Figure III-12)**, où la transformation est plus rapide (33 % à $\varepsilon = 0{,}4$) en raison de la pression hydrostatique positive, qui inhibe la propagation des cavités et favorise la transformation de phase (Kakeshita & Shimizu, 1997).

L'analyse de la microstructure par EBSD dans la section des échantillons déformés par laminage a montré que la transformation martensitique n'était pas la même. Si un fort taux de martensite pouvait être détecté dans la partie centrale des échantillons laminés, peu de martensite de forme près de la surface. Cela confirme l'importance de l'échauffement adiabatique. La température joue également un rôle clé : une élévation de $T = 20\,°C$ à $50\,°C$ réduit la fraction de martensite dans le 304L (de 25 % à 15 % pour $\varepsilon = 0{,}4$, **Figure III-27**), en accord avec les mécanismes d'adoucissement thermique décrits par Astafurov et al. (Astafurov et al., 2019). Pour le 316L, la température a un impact mineur, confirmant leur stabilité thermique élevée, même à 100 °C (**Figure III-41**). Par contre, pour le 302HQ une fraction importante de martensite a pu être détectée pour les échantillons laminés à 100 °C. Le cuivre n'étant pas miscible dans le fer, une piste d'explication avancée serait la précipitation du cuivre à 100 °C, ce qui diminuerait localement la concentration en éléments gammagènes dans la matrice 302HQ. Un tel phénomène pourrait, en théorie, réduire l'énergie de faute d'empilement et induire une transformation austénite → martensite. Des analyses microstructurales complémentaires seront nécessaires pour valider cette hypothèse.

5.3. Implications pour les procédés de laminage

La variation de vitesse de déformation en compression a également montré que les faibles vitesses favorisent la transformation, alors que les hautes vitesses induisent une déformation plastique des grains de l'austénite sans formation de martensite. Ces résultats confirment le rôle prépondérant du couplage thermomécanique et de l'état de contrainte dans la stabilité de l'austénite et la morphologie des phases transformées.

Ces résultats ont des implications directes pour l'optimisation des procédés de laminage :

- Pour le 316L et le 302HQ, la vitesse et la température de laminage ont un impact limité sur la transformation de l'austénite en martensite et les propriétés finales, ce qui les rend adaptés aux applications nécessitant une bonne formabilité, particulièrement le 302HQ qui demandera moins d'énergie pour sa mise en forme.
- Pour le 304L, le laminage à froid induira la formation de la martensite. Afin de réduire l'endommagement des rouleaux de laminage, il est conseillé de réaliser le laminage à la température de 100 °C en appliquant des vitesses élevées, ce qui aura comme conséquence de limiter la présence de martensite. Si des propriétés mécaniques élevées sont recherchées, un laminage à froid et lent (500 tr/min) maximise la transformation martensitique et donc la résistance mécanique. Les résultats de cette étude montrent également qu'un traitement thermique post-laminage (450 °C) permet de relâcher les contraintes résiduelles sans inverser la martensite **(Figure III-39).** Cela est crucial pour des applications nécessitant une haute résistance, comme les ressorts ou les pièces structurelles.

6. Conclusion du chapitre

Ce chapitre s'est intéressé à la caractérisation expérimentale du 304L, 316L et 302HQ. Une étude approfondie a été menée sur les paramètres thermomécaniques et métallurgiques de la cinétique de transformation de phase induite par déformation et sur l'évolution microstructurale associée à cette transformation.

Les analyses microstructurales par EBSD et DRX ont permis de mettre en évidence les mécanismes de déformation mis en jeu en traction uniaxiale et leur contribution en fonction des niveaux de déformation. Les mesures quantitatives par DRX et EBSD ont montré que le 304L présente une aptitude plus prononcée à la transformation de phase, atteignant plus de 90% de martensite après un laminage à froid à 60% de réduction d'épaisseur. Contrairement au 316L et au 302HQ qui conservent une microstructure majoritairement austénitique même soumis à de fortes déformations. Cela confirme le rôle stabilisant du nickel mais également du cuivre.

L'effet de la vitesse de déformation est très visible sur le 304L. L'augmentation de la vitesse retarde la formation martensitique à cause de l'échauffement adiabatique généré durant la déformation. En compression, la transformation est systématiquement favorisée par rapport à la traction.

Les cartes EBSD par l'analyse de fraction de macle Σ3, de la fraction de martensite et de KAM ont permis d'obtenir des informations sur les mécanismes de déformation et de comprendre l'importance de la microstructure sur les courbes de comportement des trois nuances. Les observations peau/cœur et les gradients de transformation montrent que les zones proches de la surface subissent des états de déformation et de température différents, influençant localement la fraction de martensite. À notre connaissance, ce résultat n'avait jamais été mis en évidence dans la littérature, ce qui en fait une contribution originale de ce travail de thèse **(Figure III-44)**.

Les essais de laminage à froid ont révélé une augmentation de la résistance mécanique et une diminution de la ductilité proportionnelles au taux de réduction, liées à la fois à l'écrouissage et à la formation de martensite. Les contraintes résiduelles maximales apparaissent vers 20 % de réduction et diminuent ensuite, pouvant passer en compression après traitements thermiques de relaxation. Les essais post-relaxation ont confirmé le rôle prépondérant de la martensite dans le maintien d'une résistance élevée, indépendamment des contraintes internes.

En laminage à chaud (100 °C), la transformation martensitique dans le 304L est fortement réduite par rapport au laminage à froid, en particulier pour le 316L, qui reste quasi totalement austénitique, et le 302HQ, dont la transformation débute seulement à forte réduction. L'étude de l'impact de la vitesse des rouleaux a montré qu'une réduction de la vitesse favorise la transformation, probablement par diminution de l'échauffement et augmentation de la contrainte effective.

En plus des conditions expérimentales, cette étude a montré que les valeurs des paramètres matériaux tels que la température Md30/50 élevée et l'énergie de faute d'empilement faibles s'avèrent préjudiciables pour les mécanismes de déformation et les propriétés finales des produits. Ces valeurs doivent être considérées avant toute opération de mise en forme.

L’ensemble des résultats souligne l’importance d’un contrôle précis des conditions thermomécaniques pour ajuster la fraction de martensite et, par conséquent, optimiser les propriétés mécaniques des aciers inoxydables austénitiques ou réduire l'endommagement des rouleaux ou matrices utilisées pour la mise en forme des matériaux. Ils constituent également une base solide pour la modélisation et la simulation du comportement mécanique et microstructural en conditions de laminage, en intégrant les effets couplés de la déformation, de la température et de la vitesse de déformation.

Chapitre 4 :

Modélisation et Résultats de simulation numérique

Ce chapitre a pour objectif de transposer les caractérisations expérimentales en résultats numériques. Les modèles de transformation et de comportement adaptés aux trois nuances sont calibrés à l'aide des résultats expérimentaux. Ce chapitre décrit aussi la mise en application des équations constitutives de Johnson-Cook et d'Olson et Cohen avec la loi des mélanges Iso-Strain. Les simulations sous Abaqus et ColdForm permettent d'analyser l'effet de la température, de la vitesse de déformation et de la triaxialité sur la formation de martensites. Le laminage expérimental est reproduit numériquement puis le modèle est appliqué à un problème industriel.

1. Equations constitutives

Afin de décrire le comportement mécanique des trois nuances d'aciers inoxydables, un modèle combinant une loi de comportement thermoviscoplastique et les équations constitutives de cinétique de transformation de phases est retenu. Ce modèle permet de prendre en compte l'effet de l'écrouissage, de la température, de la vitesse de déformation ainsi que la transformation de martensite induite par déformation plastique. Ainsi, les modèles proposés reposent sur trois grands axes : la loi de comportement de Johnson-Cook, la cinétique de transformation de Olson et Cohen et le couplage thermomécanique associé.

Loi de comportement de Johnson-Cook

La loi de comportement de Johnson-Cook permet de présenter la contrainte d'écoulement en fonction de la déformation plastique, de la vitesse et de la température. Cette loi est particulièrement adaptée aux procédés de mise en forme.

Cinétique de transformation martensitique (modèle d'Olson & Cohen)

La fraction de martensite formée au cours de la déformation plastique a été décrite par le modèle empirique d'Olson et Cohen. Ce modèle permet de relier l'évolution de la fraction volumique de martensite à la déformation plastique. Cette équation rend compte du caractère progressif de la transformation de phase, dont la cinétique est fortement influencée par la déformation plastique et la température.

Couplage thermomécanique

La dissipation d'énergie plastique générée au cours de la déformation est en partie transformée en chaleur, ce qui induit une élévation de température locale pouvant inhiber la transformation martensitique et contribuer à l'adoucissement thermique suivant la loi de comportement.

1.1. Modélisation du comportement d'un matériaux monophasé (Implémentation des équations constitutives)

Dans le cadre de ce travail, la plasticité standard ou associée suivant le critère de Von Mises (théorie de la plasticité J2) est utilisée. La loi de comportement de Johnson-Cook [II-29] décrivant contrainte d'écoulement plastique σ_y est donnée sous forme décomposée par l'équation **:**

$$\sigma_y(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, T) = g_1(\varepsilon_p)\, g_2(\dot{\varepsilon}_p)\, g_3(T) \qquad [IV-1]$$

La contribution de la déformation à la contrainte d'écoulement dans le modèle de Johnson-Cook reprend la forme de la loi de Ludwik :

$$g_1(\varepsilon_p) = (A + B\varepsilon_p^n) \qquad [IV-2]$$

où A correspond à la limite d'élasticité, B le module d'écrouissage, n l'exposant d'écrouissage et ε_p la déformation plastique.

La contribution de la vitesse de déformation à la contrainte d'écoulement dans le modèle de Johnson–Cook est classiquement exprimée sous la forme :

$$g_2(\dot{\varepsilon}_p) = 1 + C \cdot ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{p_{ref}}}\right) \qquad [IV-3]$$

où $\dot{\varepsilon}_p$ est la vitesse de déformation plastique équivalente, $\dot{\varepsilon}_{p_{ref}}$ la vitesse de référence, et C un coefficient adimensionnel traduisant la sensibilité du matériau au taux de déformation. Le rapport $\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{p_{ref}}}$ des deux vitesses est aussi noté $\dot{\varepsilon}_p{}^*$.

Cette formulation ne sera utilisée que lorsque $\dot{\varepsilon}_p > \dot{\varepsilon}_{ref}$, car le terme logarithmique devient négatif, ce qui aboutir à des erreurs de calcul numérique. Pour éviter cette situation, une condition supplémentaire est donnée sur la vitesse :

$$g_2(\dot{\varepsilon}_p) = \begin{cases} 1 + Cln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{p_{ref}}}\right), si\ \dot{\varepsilon}_p > \dot{\varepsilon}_{p_{ref}} \\ 1 \qquad\qquad\qquad\quad , si\ \dot{\varepsilon}_p \leq \dot{\varepsilon}_{p_{ref}} \end{cases} \qquad [IV-4]$$

La dépendance de la température contribuant à l'adoucissement thermique dans le modèle de Johnson-Cook est décrite par le terme :

$$g_3(T) = 1 - \left(\frac{T - T_{ref}}{T_f - T_{ref}}\right)^m \qquad [IV-5]$$

où T est la température absolue du matériau, T_{ref} la température de référence (généralement la température ambiante) et T_f la température de fusion. Le rapport $\frac{T-T_{ref}}{T_f-T_{ref}}$ traduit la position relative de la température d'essais par rapport aux bornes de références et de fusion, il est aussi noté T^*ou T^{mod}.

La formulation peut conduire à des incohérences si la température d'essais est inférieure à la température de référence. Dans ce cas précis, la contrainte d'écoulement est considéré comme indépendante de la température (Ming, 2023) et la valeur $g_3(T)$ est fixée à la valeur 1. Si la température dépasse la température de fusion, la valeur de $g_3(T)$ est nulle conduisant à une contrainte d'écoulement nulle également (matériau liquide), ce qui donne une dépendance à la température sous conditions :

$$g_3(T) = \begin{cases} 1 - \left(\frac{T - T_{ref}}{T_f - T_{ref}}\right)^m , & si\ T_{ref} \leq T \leq T_f \\ 1 & , si\ T < T_{ref} \\ 0 & , si\ \ T\ > T_f \end{cases} \qquad [IV-6]$$

Dans la mise en œuvre des lois constitutive, le calcul des dérivées de la contrainte d'écoulement par rapport aux variables internes (déformation plastique, vitesse de déformation plastique et température) est essentiel car les dérivées interviennent dans le calcul du module tangent ou plastique garantissant la stabilité et la convergence des calculs par éléments finis.

Le module tangent est défini à partir de la différentielle de la contrainte d'écoulement. Dans le cas des équations constitutives de Johnson-Cook dépendant de la vitesse de déformation et de la température, le module tangent s'écrit [$\boldsymbol{IV-3}$ à $\mathbf{6}$] :

$$M_t = \frac{d\sigma_y}{d\varepsilon_p} = \frac{\partial \sigma_y}{\partial \varepsilon_p}\frac{d\varepsilon_p}{d\varepsilon_p} + \frac{\partial \sigma_y}{\partial \dot{\varepsilon}_p}\frac{d\dot{\varepsilon}_p}{d\varepsilon_p} + \frac{\partial \sigma_y}{\partial T}\frac{dT}{d\varepsilon_p} \qquad [IV-7]$$

ou encore en y intégrant le couplage thermique :

$$M_t = \frac{\partial \sigma_y}{\partial \bar{\varepsilon}_p} + \frac{\partial \sigma_y}{\partial \dot{\bar{\varepsilon}}_p}\frac{1}{dt} + \frac{\partial \sigma_y}{\partial T}\frac{\beta_{TQ}\sigma_y}{\rho C_p} \qquad [IV-8]$$

Pour le calcul des dérivées de la contrainte d'écoulement σ_y par rapport à la déformation, vitesse de déformation et températures, il existe deux méthodes qui peuvent être employées : la méthode analytique en déterminant les dérivées de σ_y par les expressions mathématiques symboliques comme décrites précédemment et l'approximation numérique. La méthode numérique consiste à déterminer les dérivées de σ_y numériquement par méthode incrémentale à l'aide par exemple des différences finies :
:

$$\frac{\partial \sigma_y}{\partial \varepsilon_p} = \frac{\sigma_y\left(\varepsilon_p + \Delta\varepsilon_p, \dot{\varepsilon_p}, T\right) - \sigma_y\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon_p}, T\right)}{\Delta\varepsilon_p} \qquad [IV-9]$$

$$\frac{\partial \sigma_y}{\partial \dot{\varepsilon_p}} = \frac{\sigma_y\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon_p} + \Delta\dot{\varepsilon_p}, T\right) - \sigma_y\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon_p}, T\right)}{\Delta\dot{\varepsilon_p}} \qquad [IV-10]$$

$$\frac{\partial \sigma_y}{\partial T} = \frac{\sigma_y\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon_p}, T + \Delta T\right) - \sigma_y\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon_p}, T\right)}{\Delta T} \qquad [IV-11]$$

Dans le cadre de notre travail, à travers l'implémentation de routines utilisateur (VUMAT sur ABAQUS et sur COLDFORM), nous utiliserons directement les expressions analytiques des dérivées. Dans le cas des équations constitutives de Johnson-Cook, la forme analytique de $\frac{\partial \sigma_y}{\partial \varepsilon_p}$ est donnée par :

$$\frac{\partial \sigma_y}{\partial \varepsilon_p} = nB\varepsilon_p^{n-1}\, g_2\, g_3 \qquad [IV-12]$$

La forme analytique de $\frac{\partial \sigma_y}{\partial \dot{\varepsilon}_p}$ est donnée par :

$$\frac{\partial \sigma_y}{\partial \dot{\varepsilon_p}} = \begin{cases} \dfrac{C(A + B{\varepsilon_p}^n)}{\dot{\varepsilon}_p}\dfrac{\partial \sigma_y}{\partial T} & , si\ \dot{\varepsilon}_p > \dot{\varepsilon}_{ref} \\ 0 & , si\ \dot{\varepsilon}_p \leq \dot{\varepsilon}_{ref} \end{cases} \qquad [IV-13]$$

La forme analytique de $\frac{\partial \sigma_y}{\partial T}$ est donnée par :

$$\frac{\partial \sigma_y}{\partial T} = \begin{cases} \dfrac{-m\left(A + B{\varepsilon_p}^n\right)}{T - T_{ref}}\left(\dfrac{T - T_{ref}}{T_f - T_{ref}}\right)^m \dfrac{\partial \sigma_y}{\partial \dot{\varepsilon_p}} & , si\ T \in \left[T_f, T_{ref}\right] \\ 0 & , si\ T \notin \left[T_f, T_{ref}\right] \end{cases} \qquad [IV-14]$$

L'implémentation de la loi de Johnson-Cook et de ses dérivées analytiques permettent de donner un cadre qui garantit la stabilité numérique et une précision suffisamment fidèle des mécanismes de durcissement ainsi que la sensibilité à la vitesse et de l'adoucissement thermique.

1.1.1 Détermination des paramètres de Johnson-Cook pour un matériaux monophasé

Le modèle étant défini, il est nécessaire de déterminer les valeurs des différents paramètres. Ces derniers ont été obtenues expérimentalement sur les trois nuances étudiées. Les essais de traction à différentes vitesses et températures ont été utilisés dans cet objectif.

1.1.1.1. Loi de Ludwik pour le 304L, 316L et le 302HQ

Les paramètres de la loi de Johnson-Cook ont été déterminés à partir des essais de traction monotone présentés dans le **Chapitre III** pour les trois nuances étudiées à des vitesses de déformation entre de 10^{-5} et 10^{-1} s^{-1} et de 20 °C à 200°C. Les courbes de contraintes-déformations vraies ont été utilisées pour la température $T = T_{ref}$ et une vitesse de déformation $\dot{\varepsilon_p} = \dot{\varepsilon}_{p_{ref}}$ afin d'identifier les paramètres de la loi de Ludwik de la forme : $g_1(\varepsilon_p) = A + B{\varepsilon_p}^n$

La valeur de A correspond à la limite d'élasticité sur les courbes contrainte – déformation corrigées. Les paramètres B et n sont déterminés par une méthode d'optimisation basée sur la méthode des moindres carrés en minimisant l'écart entre les valeurs expérimentales et celles prédites par la loi de Ludwik. Cette méthode donne plus de poids aux grands écarts, ce qui permet d'avoir une meilleure approximation globale.

$$S(B,n) = \sum_{i=1}^{N} \left({\sigma_y}_i^{\exp} - \left(A + B\, \varepsilon_{p,i}^{n}\right) \right)^2 \qquad [IV-15]$$

Le solveur évolutionnaire d'Excel a été utilisé pour appliquer la méthode des moindres carrés. Cet outil applique un algorithme inspiré de l'évolution naturelle générant aléatoirement un ensemble de solutions potentielles, puis sélectionne et combine les meilleures solutions pour créer un nouveau jeu de paramètres. Cette approche a permis d'identifier tous les jeux de paramètres de toutes les conditions d'essai.

Une plage de valeurs de 0 à 30% de déformation plastique a été utilisée pour le 302HQ et 316L afin de garantir la meilleure statistique. Cependant, pour le 304L la plage de valeur a dû être réduite. Cette nuance étant fortement sujet à la transformation de phase austénitique-martensite, seules les données comprises entre 0 et 10% de déformation plastique ont été retenues (point d'inflexion visible dès 10% à basses vitesses).

1.1.1.2. Influence de la vitesse de déformation, détermination de la constante C

Afin de déterminer l'influence de la vitesse de déformation, celle-ci est isolée en considérant la loi de Johnson-Cook à la température de référence, $T = T_{ref}$, l'équation suivante est obtenue :

$$\sigma_y\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p\right) = \left(A + B\, \varepsilon_p^{n}\right)\left(1 + C\, ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{p_{ref}}}\right)\right) \qquad [IV-16]$$

Les paramètres A, B et n ont été identifiés dans l'équation $[\boldsymbol{IV-15}]$**,** le réarrangement normalisé en termes d'écrouissage donne l'équation suivant :

$$\frac{A + B\, \varepsilon_p^{n}}{\sigma_y\left(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p\right)} - 1 = C \ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_p}{\dot{\varepsilon}_{p_{ref}}}\right) \qquad [IV-17]$$

Une représentation linéaire de la dépendance à la vitesse de déformation est obtenue (M. Murugesan & Jung, 2019). Pour chaque valeur de ε_p il est possible de tracer la contrainte normalisée en fonction du logarithme de la vitesse de déformation **(Figure IV-1).**

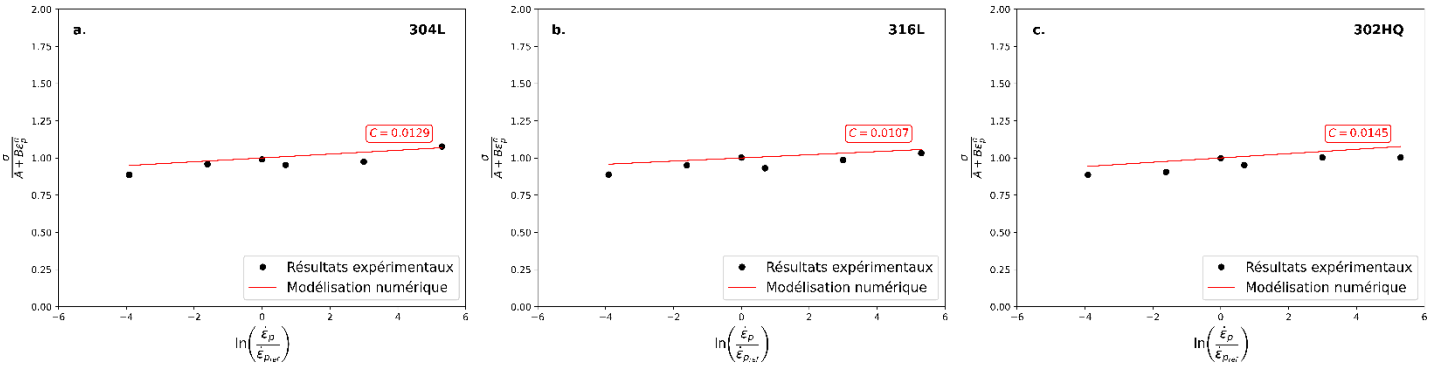

Figure IV-1: Représentation graphique du paramètre C, coefficient de sensibilité à la vitesse de déformation, pour a. le 304L, b. 316L et c. 302HQ.

1.1.1.3. Influence de la température

L'effet de la température est prise en compte dans le modèle de Johnson-Cook à travers le terme d'adoucissement thermique donné dans l'équation $[\boldsymbol{IV-5}]$.

La constante m traduit cette sensibilité du matériau à la température. Plus cette valeur est élevée, plus la contrainte d'écoulement chute rapidement avec l'élévation de la température. Une valeur faible traduit un matériau faiblement dépendant de la température.

Pour déterminer m, l'influence de la température est isolée en considérant la loi de Johnson-Cook à vitesse de référence $\dot{\varepsilon}_p = \dot{\varepsilon}_{p_{ref}}$ et à une déformation plastique ε_p donnée. L'équation suivante est obtenue :

$$\sigma_y(\varepsilon_p, T) = (A + B\,\varepsilon_p^n)\left(1 - \left(\frac{T - T_{ref}}{T_f - T_{ref}}\right)^m\right) \qquad [IV-18]$$

Le réarrangement normalisé en termes d'écrouissage donne l'équation suivante :

$$\frac{\sigma_y(\varepsilon_p, T)}{(A + B\,\varepsilon_p^n)} = \left(1 - \left(\frac{T - T_{ref}}{T_f - T_{ref}}\right)^m\right) \qquad [IV-19]$$

En appliquant le logarithme sur l'équation $[\boldsymbol{IV-19}]$, nous obtenons la relation suivante :

$$ln\left(1 - \frac{\sigma_y(\varepsilon_p, T)}{(A + B\,\varepsilon_p^n)}\right) = m\,ln\left(\frac{T - T_{ref}}{T_f - T_{ref}}\right) \qquad [IV-20]$$

La valeur de m est obtenue en ajustant ce rapport sur les données expérimentales en utilisant le modèle de régression du premier ordre (M. Murugesan & Jung, 2019). La constante est déterminée à partir de la pente de la courbes **(Figure IV-2)**.

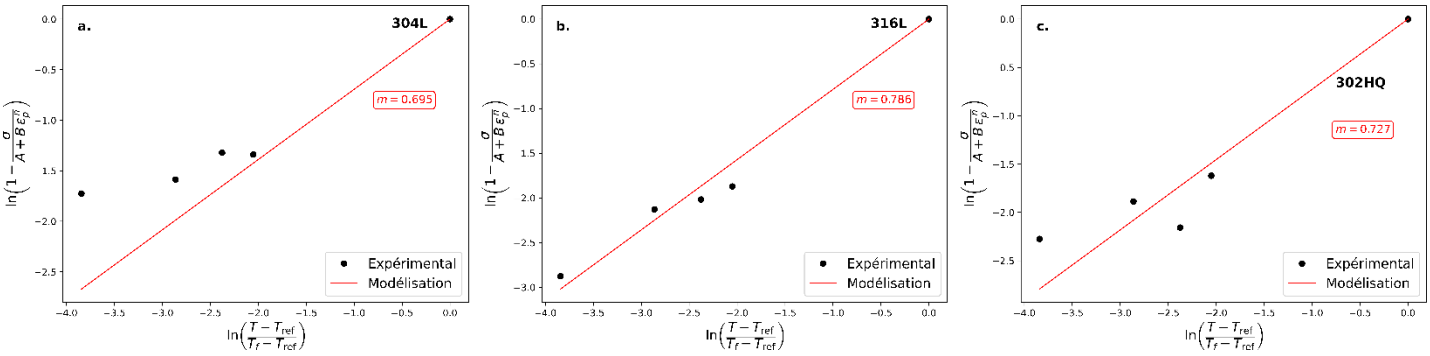

Figure IV-2: Représentation graphique du paramètre m, coefficient d'adoucissement thermique, pour a. le 304L, b. 316L et c. 302HQ.

L'ensemble des paramètres de la loi de Johnson-Cook a pu être identifié pour les trois nuances étudiées (304L, 316L, 302HQ).

Ces paramètres serviront à alimenter les données matériaux dans les simulations numériques à venir. Le tableau suivant présente l'ensemble des paramètres calibrés de la loi de Johnson-Cook pour chacune des nuances étudiées **(Tableau IV-1)**.

Tableau IV-1: Valeurs des coefficients de la loi de Johnson-Cook considérant un matériau monophasé.

Nuance	A	B	n	C	m
304L	150 MPa	1126 MPa	0,48	0,0129	0,695
316L	150 MPa	1116 MPa	0,46	0,0107	0,786
302HQ	120 MPa	1005 MPa	0,44	0,0145	0,727

Bien que le modèle de Johnson-Cook soit habituellement utilisé dans le domaine de la dynamique, il est important de souligner que les paramètres de la loi de Johnson-Cook ont été déterminés dans le cadre de notre travail à des vitesses de déformation relativement faibles (de 10^{-5} à 10^{-1} s^{-1}). Dans la littérature, il a été démontré que les paramètres sont valables et représentatifs du comportement des aciers inoxydables austénitiques jusqu'à $\dot{\varepsilon}_p = 10^3 s^{-1}$ (Akdoğan et al., 2026; B. Jia et al., 2021).

2. Simulation d'un essai de traction

Afin de valider les paramètres de la loi de Johnson-Cook, des simulations d'un essai de traction 1D ont été réalisées à l'aide d'un script Python suivant l'algorithme de retour radial **(Chapitre II.4.1.).**

2.1. Essais de traction numérique sur un fil monophasé

Les essais de traction ont été modélisés sur la même plage de vitesses que celle des essais de traction lors des expériences. Pour les aciers 316L et 302HQ qui ne sont constitués principalement que d'une unique phase austénitique, une très bonne reproductibilité est observée entre les simulations et les résultats expérimentaux **(Figure IV-3)**. Le cas de l'acier 304L qui est biphasé sera étudié ultérieurement.

2.1.1. Effet de la vitesse de déformation

La loi de comportement de Johnson-Cook permet de reproduire de manière satisfaisante l'évolution de la contrainte en fonction de la déformation plastique. Les niveaux de contraintes ainsi que les tendances d'écrouissage sont globalement bien restitués sur toute la gamme de vitesse de déformation étudiée.

Une légère divergence apparaît cependant aux faibles vitesses de déformation et à partir d'une déformation ε_p d'environ $0{,}3$. Cet écart peut être dû au couplage thermique réalisé, la dissipation de chaleur lors des essais de traction en quasi-statique et à basse température n'étant pas prise en compte. La température a en effet tendance à faire baisser légèrement la contrainte que ce soit pour le 316L **(Figure IV-3a)** ou le 302HQ (**Figure IV-3b).**

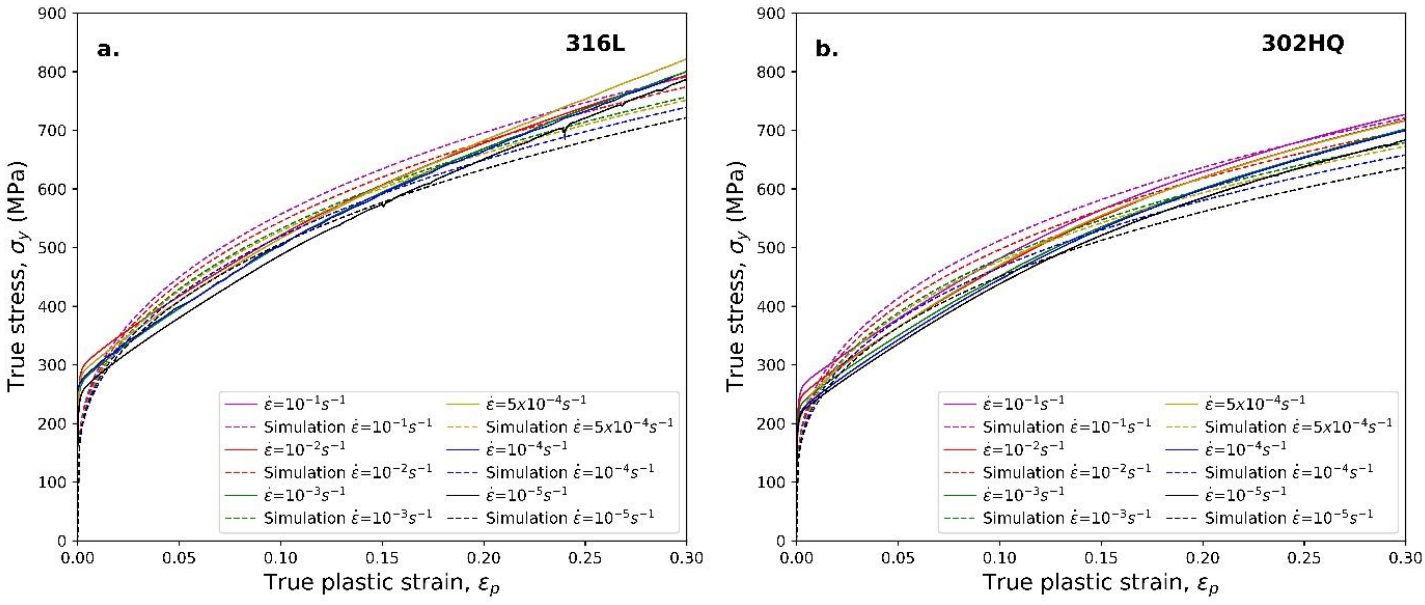

Figure IV-3: Comparatif entre les courbes de traction expérimentales à différentes vitesses de déformation et de simulation pour a. le 316L et b. le 302HQ.

2.1.2. Effet de la température

L'influence de la température a également été analysée **(Figure IV-4).** Les résultats numériques montrent une diminution progressive de la contrainte d'écoulement lorsque la température augmente, en accord avec les tendances observées expérimentalement. Cette évolution traduit bien l'effet d'adoucissement thermique inclus dans la formulation du modèle, qui réduit la résistance au cisaillement des dislocations avec l'élévation de la température.

Les simulations restituent correctement les niveaux de contrainte aux basses températures, mais présentent un écart croissant à mesure que la température augmente. Néanmoins la tendance globale est convenablement reproduite, validant l'utilisation de ce modèle pour une première approche de la modélisation thermomécanique des aciers étudiés.

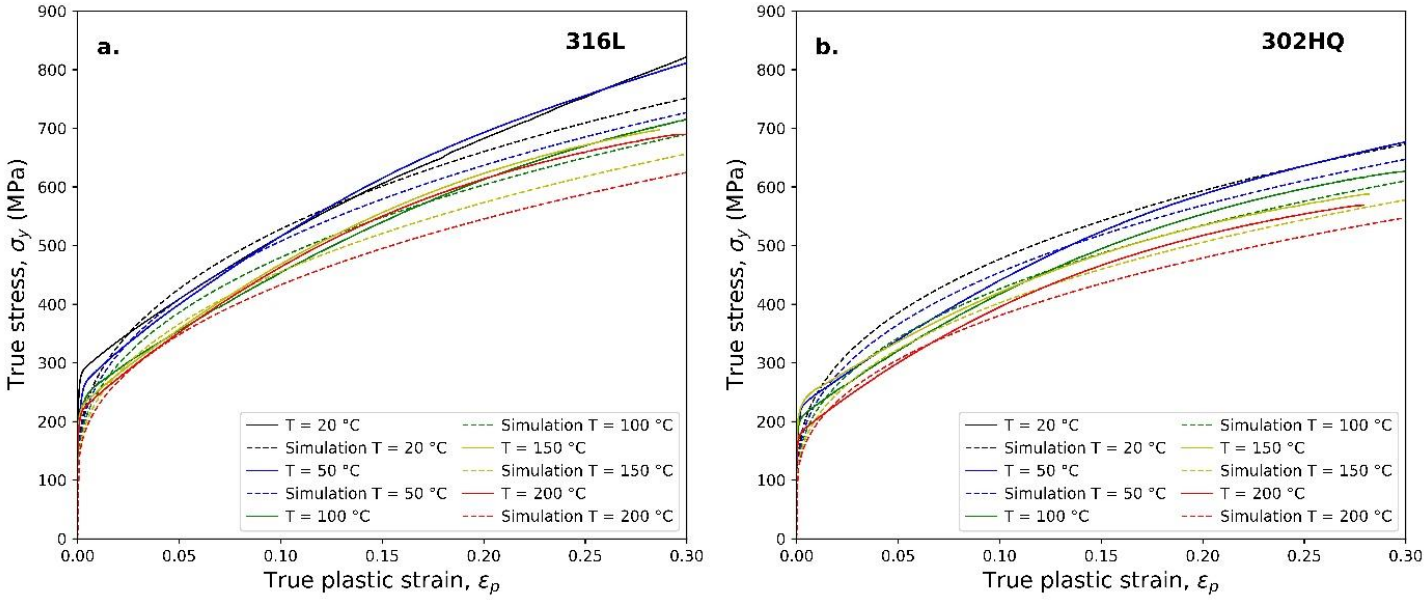

Figure IV-4: Comparatif entre les courbes de traction expérimentales à différentes températures et de simulation pour a. le 316L et b. le 302HQ.

2.2. Amélioration des courbes pour les matériaux monophasés

L'écart entre simulation et expérience en petite déformation pourrait s'avérer être problématique notamment lors de la réalisation des formes complexes comme il est fréquemment réalisé à l'entreprise partenaire. Pour pallier ce problème, l'utilisation d'une « loi double » de comportement de Johnson-Cook est proposée : une première loi qui gère les petites déformations inférieures à 0.02 et une seconde loi qui gère les plus grandes déformations suivant l'équation :

$$\sigma_y(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, T) = \left(1 - \omega(\varepsilon_p)\right)\sigma_{JC1} + \omega(\varepsilon_p)\sigma_{JC2} \qquad [IV-21]$$

où $\omega(\varepsilon_p)$ est une fonction sigmoïdale croissante de la déformation plastique, donnée par l'équation :

$$\omega(\varepsilon_p) = \frac{1}{1 + exp\left(-k(\varepsilon_p - \varepsilon_c)\right)} \qquad [IV-22]$$

avec ε_c la déformation charnière correspondant à la valeur de transition ici 0.02 et k, la raideur de la transition.

De manière générale la valeur de ε_c est définie lorsque que le premier jeu de paramètre de Johnson-Cook commence à sous-évaluer de la contrainte. La fonction de transition est ainsi déterminée graphiquement **(Figure IV-5).**

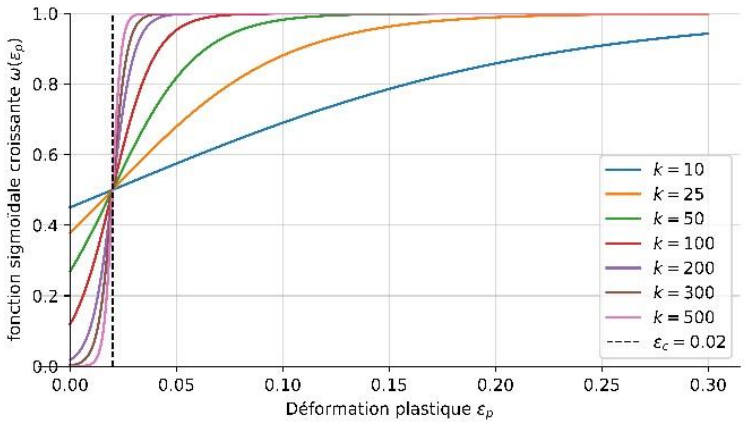

Figure IV-5: Comparatif de différentes valeurs de k, la raideur de transition.

Il a été choisi d'utiliser $k = 100$ pour le calcul des différents modèles des lois de comportement.

L'introduction de la loi sigmoïdale permet d'assurer la continuité et la régularité entre les deux lois de comportement de Johnson-Cook qui sont définies dans des régimes de déformation distincts. Elle permet d'éviter les discontinuités pouvant engendrer des instabilités numériques lors des calculs incrémentaux.

D'un point de vue mécanique, la fonction de transition permet également de représenter plus fidèlement l'évolution progressive de l'écrouissage observée expérimentalement, sans imposer un changement brutal de loi constitutive. Elle joue donc à la fois un rôle de régularisation numérique et de réalisme physique, en assurant une interpolation continue entre deux jeux de paramètres adaptés à des régimes de déformation différents.

Les nouveaux paramètres ont été déterminés selon la même méthodologie que précédemment. Uniquement les paramètres B et n ont été réajustés. Les paramètres A, C et m sont conservés pour les deux lois de Johnson-Cook. Ils ont été mesurés de manière fiable dans les conditions de référence. Cette approche est justifiée par la nature du paramètre A représentant la limite élastique en condition de référence ici, $\varepsilon_p = 0$. Il s'agit d'une valeur d'ancrage obtenue expérimentalement. Uniquement B er n gère l'écrouissage (Dassault Systèmes, 2017). Plusieurs chercheurs signalent que l'inversion complète des 5 paramètres peut causer des problèmes de non-unicité (Ojal et al., 2022).

Ce nouveau modèle permet de conserver la stabilité de l'ancien modèle tout en apportant une meilleure précision. La **Figure IV-6** montre la différence entre les deux approches. Le coupable thermique a été désactivé car la température est jugée isotherme lors des essais à faibles vitesses.

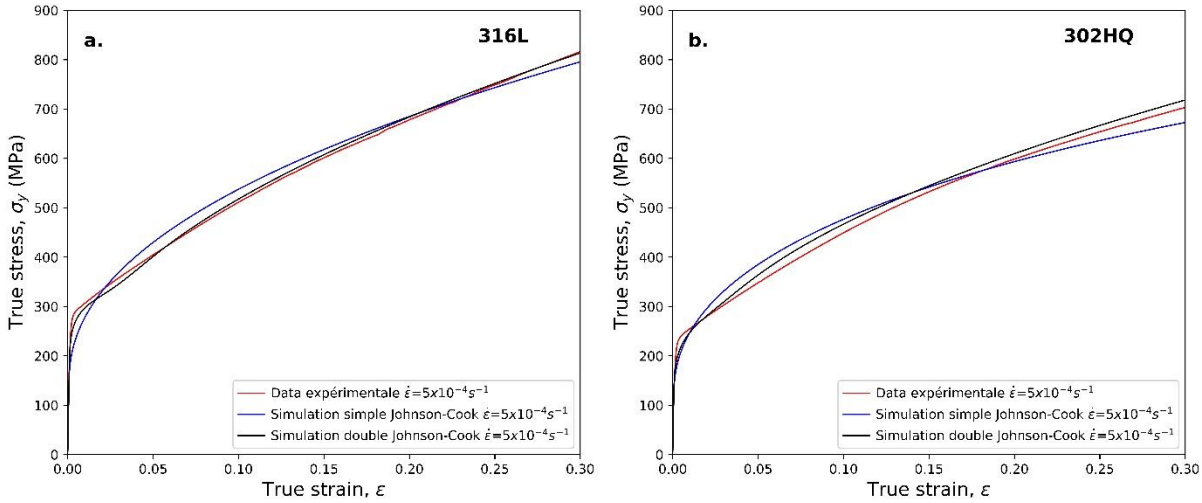

Figure IV-6: Simulation d'un essai de traction réalisé à une vitesse de 5x10-4 s-1 et une température de 20 °C sans couplage thermique, comparatif du modèle de Johnson-Cook simple vs Modèle de Johnson-Cook double pour a. le 316L et b. le 302HQ.

Les deux approches numériques restituent correctement l'allure globale des courbes contrainte-déformation pour le 316L comme pour le 302HQ. Il est cependant visible que la formulation de la loi double de Johnson-Cook reproduit mieux la zone initiale et la courbure d'écrouissage à petite et moyenne déformation. Cette formulation suit plus fidèlement la pente expérimentale. La formulation simple tend à sous-estimer la contrainte lors de grandes déformations.

Globalement, les deux modèles ont une représentation assez fidèle, mais l'introduction d'une transition lissée et la double Johnson-Cook améliorent la représentativité locale sans dégrader la représentativité globale. Les paramètres de la formulation double est donnée dans le Tableau suivant **(Tableau IV-2)** :

Tableau IV-2: Coefficient de la loi double Johnson-Cook.

Nuance		A	B	n	C	m
316L	$\boldsymbol{\varepsilon_p < 0,02}$	150 MPa	445 MPa	0,21	0,0107	0,786
	$\boldsymbol{\varepsilon_p > 0,02}$	150 MPa	1274 MPa	0,53	0,0107	0,786
302HQ	$\boldsymbol{\varepsilon_p < 0,02}$	120 MPa	552 MPa	0,296	0,0145	0,727
	$\boldsymbol{\varepsilon_p > 0,02}$	120	1093 MPa	0,49	0,0145	0,727

2.3. Essai de traction numérique sur un matériau biphasé

2.3.1. Loi de Jonson-Cook pour le matériau biphasé

Contrairement aux aciers inoxydables 316L et 302HQ, l'acier inoxydable 304L présente une transformation de phase de l'austénite en martensite au cours de la déformation. Dans une première approche, les lois de Johnson-Cook simples **(Tableau IV-1)** puis doubles **(Tableau IV-3)** ont été utilisées pour simuler le comportement **(Figure IV-7).**

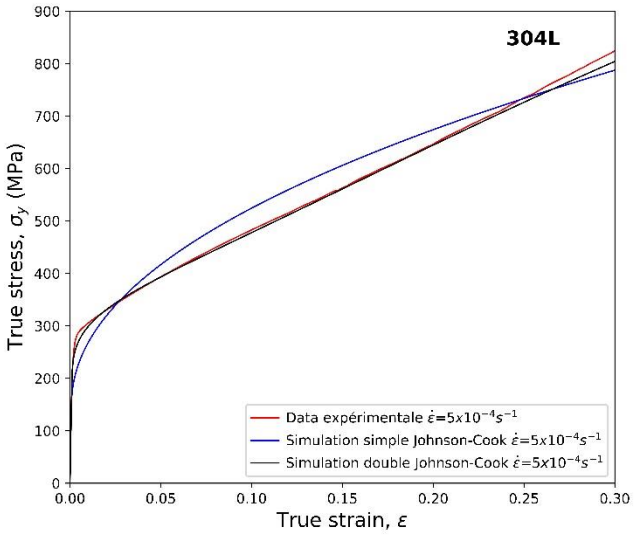

Figure IV-7: Simulation d'un essai de traction réalisé à une vitesse de 5x10-4 s-1 et une température de 20 °C sans couplage thermique, comparatif du modèle de Johnson-Cook simple vs Modèle de Johnson-Cook double pour le 304L.

La **Figure IV-7** montre que contrairement aux nuances monophasées (316L ou 302HQ), l'adéquation entre le modèle numérique et les résultats expérimentaux est plus limitée. En particulier aux grandes déformations, la divergence des résultats provient directement de la transformation de phase qui modifie progressivement les propriétés mécaniques effectives du matériau.

Tableau IV-3: Coefficient de la loi double Johnson-Cook pour le 304L considéré comme monophasé.

Nuance		A	B	n	C	m
304L	$\boldsymbol{\varepsilon_p < 0,02}$	150 MPa	447 MPa	0,15	0,0129	0,695
	$\boldsymbol{\varepsilon_p > 0,02}$	150 MPa	1451 MPa	0,63	0,0129	0,695

Même si une loi de comportement de type double Johnson-Cook est utilisée pour mieux représenter l'évolution de la contrainte d'écoulement de l'austénite, la restitution des courbes reste insuffisante à forte déformation **(Tableau IV-3 et Figure IV-7).** La superposition de deux jeux de paramètres n'intègre pas la cinétique de transformation et son rôle sur l'écrouissage. Bien que plus précise, il est nécessaire de combiner la double Johnson-Cook avec une loi décrivant explicitement la fraction de martensite formée et ainsi obtenir une représentation réaliste du comportement mécanique. Une loi des mélanges entre l'austénite et la martensite, pondérée par la fraction de phase évoluant avec la déformation, doit être utilisée.

2.3.2. Paramétrage de la loi cinétique de transformation de phase

En partant des formules développées dans le chapitre 1 et en restant sur des essais de traction réalisés à une température de 20 °C et une vitesse de déformation de 5x10^{-4} s^{-1} ainsi qu'une triaxialité constante, il est possible d'exprimer la fraction volumique de martensite tout au long de l'essai grâce à l'équation d'Olson et Cohen (Olson & Cohen, 1975) : $f^{\alpha'} = 1 - exp\left\{-\beta\left[1 - exp\left(-\alpha\varepsilon_p\right)\right]^N\right\}$

Les paramètres ont été identifiés grâce à des essais de traction interrompus à 5, 10, 15, 20 et 40% de déformation. La quantification de phase transformée a été réalisée via des mesures de diffractions aux rayons X. Les paramètres retenus $\alpha = 5{,}8$, $\beta = 0{,}6$ et $n = 4{,}5$ permettent de reproduire de manières satisfaisante la cinétique de transformation **(Figure IV-8)**.

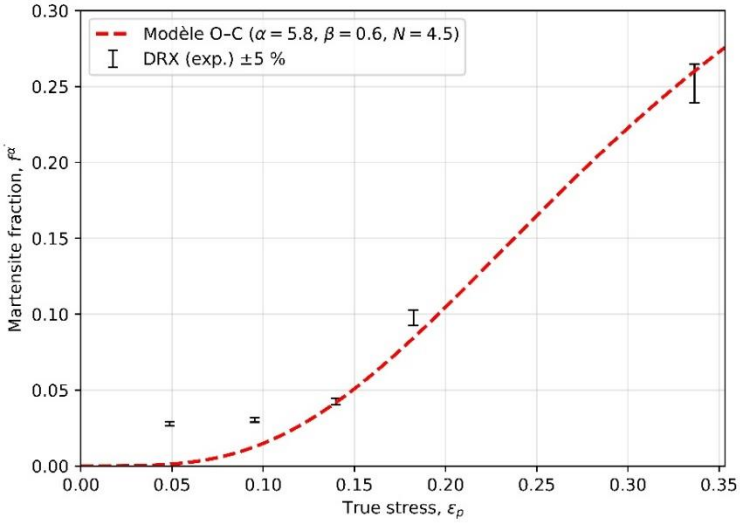

Figure IV-8: Modélisation de la fraction de martensite pour une essais de traction monotone réalisé à une vitesse de déformation de 5x10-4 s-1 et à une température de 20 °C.

2.3.3. Lois des mélanges

Pour appliquer la loi des mélanges, l'approche dite « Iso strain » est retenue comme décrite dans le chapitre 2. Celle-ci repose donc sur l'hypothèse que les deux phases, austénitique et martensitique, subissent la même déformation plastique équivalente (S. Allain & Bouaziz, 2008; Beese & Mohr, 2011; Sahoo et al., 2019). La contrainte macroscopique du matériau biphasé est alors évaluée comme la combinaison pondérée des contraintes d'écoulement de chaque phase :

$$\sigma_y(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, T) = \left(1 - f^{\alpha'}\right) \sigma_y^{\gamma}(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, T) + f^{\alpha'}\, \sigma_y^{\alpha'}(\varepsilon_p, \dot{\varepsilon}_p, T) \qquad [IV-23]$$

où $f^{\alpha'}$ désigne la fraction volumique de martensite issue de la loi d'Olson et Cohen, σ_y^{γ} la contrainte d'écoulement de l'austénite et $\sigma_y^{\alpha'}$ celle de la martensite.

Cette hypothèse correspond à un état de chargement homogène, dans lequel les deux phases sont contraintes à se déformer de manière identique. En conséquence, la rigidité globale est généralement surestimée, et la loi iso-déformation fournit une borne supérieure du comportement mécanique. Elle reste néanmoins intéressante à considérer car elle permet une implémentation simple et une première comparaison avec les mesures expérimentales.

Le module tangent du matériau biphasé qui est implémenté dans les modèles numériques suivant l'algorithme de retour radial doit également être modifié car celui-ci est également propre à chaque phase. Il est implémenté dans l'algorithme de retour radial dans l'équation $[\boldsymbol{II-20}]$. Il dépend également de l'évolution de la fraction de martensite avec la déformation plastique. La nouvelle expression du module tangent est donnée par l'équation :

$$Mt^{(\alpha'+\gamma)} = \left(1 - f^{\alpha'}\right) Mt^{(\gamma)} + f^{\alpha'} Mt^{(\alpha')} + \frac{\mathrm{d}f^{\alpha'}}{\mathrm{d}\bar{\varepsilon}_p}\left({\sigma_y}^{\alpha'} - {\sigma_y}^{\gamma}\right) \qquad [IV-24]$$

avec

$$Mt^{(i)} = \frac{\partial {\sigma_y}^i}{\partial \bar{\varepsilon}_p} + \frac{\partial {\sigma_y}^i}{\partial \dot{\bar{\varepsilon}}_p}\frac{1}{dt} + \frac{\partial {\sigma_y}^i}{\partial T}\frac{\beta_{TQ}\sigma_y}{\rho C_p} \qquad [IV-25]$$

où i est l'indice de la phase et $Mt^{(i)}$le module tangent pour chaque phase i.

Un des problèmes à surmonter lors de l'utilisation de la loi des mélanges est la détermination séparée du comportement mécanique des deux phases. L'idéal serait d'avoir d'un côté un matériau composé complètement d'austénite et de l'autre un matériau entièrement composé de martensite.

Lors des essais de laminage, nous avons obtenu après plusieurs passes un matériau composé principalement de martensite. La loi de comportement mécanique de la martensite a donc été caractérisée à partir d'essais de traction réalisés sur un fil de 304L laminé à 60% de réduction d'épaisseur. Pour rappel, à ce niveau de réduction, la fraction de martensite transformée induite par la transformation de phase est supérieure à 90%. Dans ces conditions, l'hypothèse d'un matériau martensitique est alors faite, permettant d'identifier les paramètres *A*, *B* et *n* de la loi de Ludwik **(Tableau IV-4).** Les paramètres *C* et *m* relatifs à la sensibilité de la vitesse et de la température sont supposés identiques à ceux de l'austénite. Les valeurs de la loi de Johnson-Cook de la martensite sont données dans le Tableau suivant **(Tableau IV-4)** :

Tableau IV-4: Coefficient de la loi de Johnson-Cook de la phase martensitique du 304L.

Nuance	A	B	n	C	m
304L-phase martensitique	875 MPa	1064 MPa	0.18	0.0129	0.695

Concernant le comportement du matériau de phase austénitique, les mesures expérimentales de la fraction de martensite permettent de montrer que cette dernière est négligeable en dessous de 10% de déformation plastique. Ainsi, les paramètres A, B et n ont été identifiés seulement jusqu'à 10% de déformation plastique vraie. Les valeurs des nouveaux paramètres pour une Johnson-Cook simple et double sont présentés dans le Tableau suivant **(Tableau V-5) :**

Tableau IV-5: Coefficient de la loi de double Johnson-Cook de la phase austénitique du 304L.

Nuance		A	B	n	C	m
304L Double J-C	$\boldsymbol{\varepsilon_p < 0,02}$	150 MPa	544 MPa	0,26	0,0129	0,695
	$\boldsymbol{\varepsilon_p > 0,02}$	150 MPa	681 MPa	0,34	0,0129	0,695
304L Simple J-C	$\boldsymbol{0 < \varepsilon_p < 0,1}$	150 MPa	654 MPa	0,304	0,0129	0,695

La **Figure (IV-9)** présente les résultats d'un essai de traction monotone réalisé sur l'acier 304L, comparant les données expérimentales aux simulations numériques obtenues à l'aide du modèle de Johnson–Cook. Trois courbes sont représentées : l'essai de traction expérimentale, la simulation avec une loi de Johnson-Cook simple et la simulation avec une double loi de Johnson-Cook intégrant une fonction de transition entre deux jeux de paramètres.

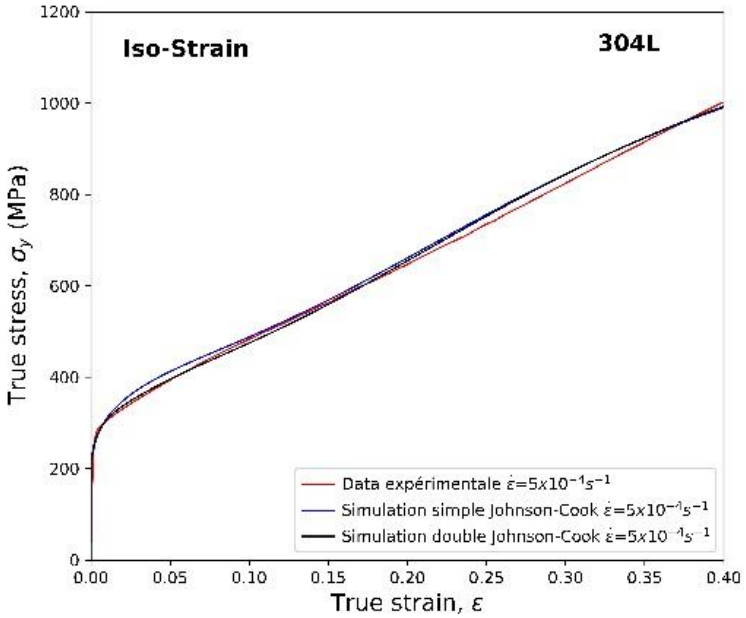

Figure IV-9: Simulation d'un essai de traction sur le 304L à une température de 20 °C et une vitesse de déformation 5x10-4 s-1 utilisant la loi des mélanges Iso strain, comparatif entre l'utilisation d'une simple Johnson-Cook et une double Johnson-Cook.

Dans la phase initiale (ε< 0,05), les simulations reproduisent correctement le comportement expérimental, notamment la pente élastique et les premiers niveaux de contrainte. Dans le domaine intermédiaire (0,05 < ε < 0,2), les écarts entre la simulation simple et l'expérimental se traduisent par une tendance à lisser la cinétique d'écrouissage, tandis que l'utilisation de la double loi de Johnson–Cook permet de mieux restituer l'évolution de la contrainte. Pour des déformations plus importantes (ε > 0,2), les différentes approches convergent et décrivent une montée de la contrainte jusqu'à environ 1000 MPa à 0,4 de déformation plastique vraie.

Ces résultats mettent en évidence la capacité du modèle de Johnson-Cook à représenter de manière satisfaisante un essai de traction monotone. L'introduction d'une fonction de transition ainsi qu'une double formulation de Johnson-Cook permet d'améliorer la précision de la modélisation dans la zone intermédiaire mais surtout en début d'écrouissage. L'application de la loi des mélanges conduit à une représentation plus fidèle de la courbe contrainte-déformation et matérialise le point d'inflexion visible à environ 15% de déformation comparativement à une modélisation globale sans séparation des phases.

2.4. Modélisation de l'effet de la température sur la cinétique de transformation de phase

Afin d'avoir une modélisation encore plus réaliste, l'effet de la température sur la transformation de phase est introduit.

La loi de Olson et Cohen modifié par Iwamoto (Iwamoto et al., 1998) intègre un terme dépendant de la température à travers le coefficient $\alpha(T)$ exprimé sous forme polynomiale quadratique :

$$\alpha(T) = \alpha_1 T^2 + \alpha_2 T + \alpha_3 \qquad [IV-26]$$

avec $\alpha_1 = -1.8265e-4$, $\alpha_2 = 0.0491747$ et $\alpha_3 = 7.12612$

L'équation de la fraction volumique de martensite au cours de la déformation plastique est donnée par :

$$f^{\alpha'} = 1 - exp\left\{-\beta\left[1 - 0.6\ exp\left(-\alpha(T)\varepsilon_p\right)\right]^N\right\} \qquad [IV-27]$$

L'introduction de cette dépendance en température permet de rendre compte de la diminution progressive de la cinétique de transformation observée lors d'essais de traction réalisés à 50 °C et 100 °C. Les courbes issues du modèle montrent un décalage vers des déformations plastiques plus élevées pour atteindre un même niveau de fraction transformée, traduisant bien l'effet stabilisant de la température sur l'austénite **(Figure IV-10)**.

À 50 °C, la prédiction numérique reste proche des résultats expérimentaux, la cinétique étant ralentie mais conservant une croissance significative dès 10–15 % de déformation plastique.

Aux températures élevées (100 °C et 200 °C), le modèle prédit l'absence de formation de martensite. Expérimentalement, il est observé de très faibles fractions de martensite. Ces valeurs résiduelles ne sont pas liées à la transformation mécanique proprement dite, mais proviennent de la transformation de phase induite localement lors du polissage de l'échantillon. Ainsi, le modèle restitue correctement la cinétique réelle de transformation. Aucune transformation martensitique significative n'apparaît à 100 °C et 200 °C, ce qui est en accord avec le comportement attendu de l'acier dans ces conditions thermiques.

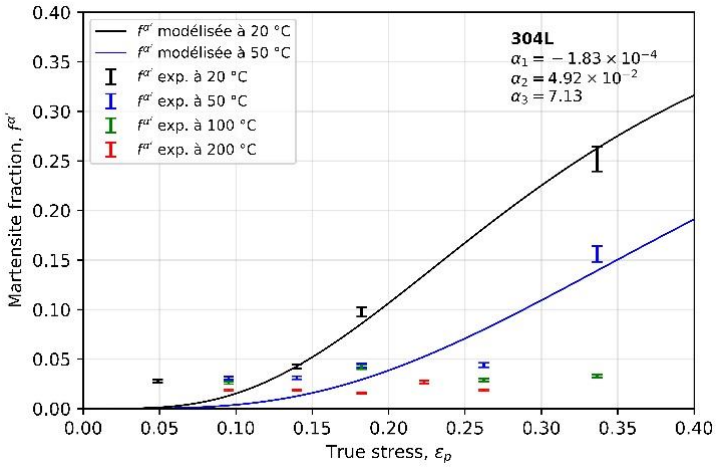

Figure IV-10: Modélisation de la loi d'Olson et Cohen dans le cas d'un essai de traction monotone.

2.5. Modélisation de l'effet de la triaxialité sur la transformation de phase

En plus de la température, il a été montré dans le chapitre précédent que l'état de contrainte exerce une influence déterminante sur la cinétique de transformation de phase austénite en martensite (Iwamoto et al., 1998; Serri & Cherkaoui, 2008; Sierra & Nemes, 2008). Pour prendre en compte cet effet, le modèle d'Olson et Cohen a été modifié une nouvelle fois par Iwamoto et ses collègues (Iwamoto et al., 1998) introduisant un terme correctif α_4 dépendant de la triaxialité Σ.

Le coefficient α, qui contrôle la sensibilité de la cinétique de transformation à la température et à l'état de contrainte, est alors formulé comme suit :

$$\alpha(T) = \alpha_1 T^2 + \alpha_2 T + \alpha_3 - \alpha_4 \Sigma \qquad [IV-28]$$

avec $\alpha_1 = -1.8265e-4$, $\alpha_2 = 0.0491747$, $\alpha_3 = 8.35$ et $\alpha_4 = 3.27$.

Cette formulation traduit ainsi le rôle stabilisant ou déstabilisant du champ de contraintes. En reprenant l'algorithme de retour radial.

La **Figure IV-11** met en évidence un bon accord global entre les mesures et la modélisation par retour radial couplée au modèle d'Olson et Cohen modifié par Iwamoto. L'introduction du terme $-\alpha_4\Sigma$ permet de capturer l'effet de la triaxialité sur la cinétique de transformation de phase austénite → martensite. La forme des courbes modélisées de la fraction de martensite visible en **Figure IV-11a** avec la traction en rouge et la compression en bleu est correctement reproduite et proche des mesures expérimentales. Les courbes contraintes vraies – déformation plastique vraie présentes dans la **Figure IV-11b** sont également proches des résultats expérimentaux. Les **écarts résiduels** observés aux très faibles ou très fortes déformations plastiques restent **modérés** et sont cohérents avec les limites d'un modèle phénoménologique. Ces résultats confortent la **validité** de l'approche et de son utilisation dans une modélisation d'un système numérique complexe tel que le laminage.

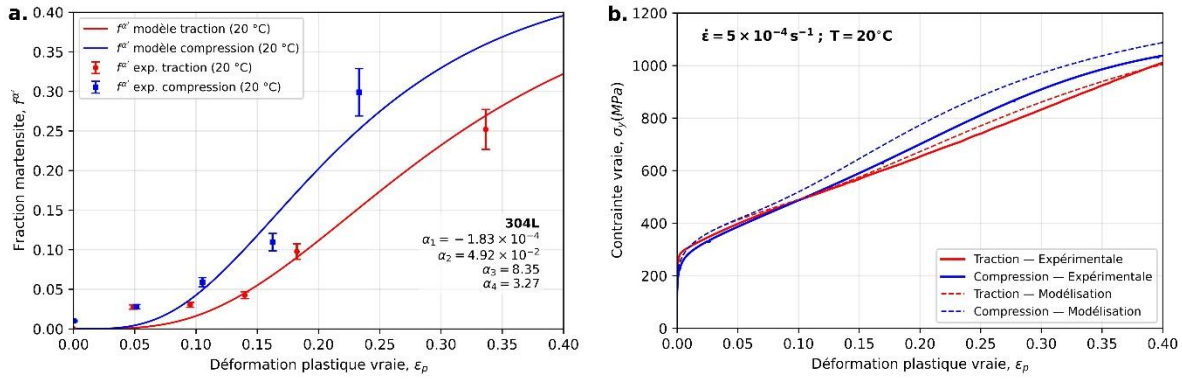

Figure IV-11: Comparatif essais de traction vs essais de compression avec a. la modélisation de la fraction de martensite transformée et b. la modélisation courbes contraintes vraie - déformation plastique vraie des essais réalisés à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ *et* $T = 20\ °C$.

Des modélisations de traction 1D à d'autres vitesses de déformation ont également été effectuées à d'autres vitesses de déformation pour tester la stabilité du modèle. La **Figure IV-12** montre que pour une vitesse $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\mathrm{s}^{-1}$ le modèle est également respecté. La fraction de martensite réelle formée visible sur la **Figure IV-12a** est très proche des résultats obtenus par modélisation. Les courbes contrainte vraie-déformation plastique vraie ainsi obtenues par modélisation et visibles sur la **Figure IV-12b** sont également proches des valeurs expérimentales, ce qui valide l'utilisation de ce modèle.

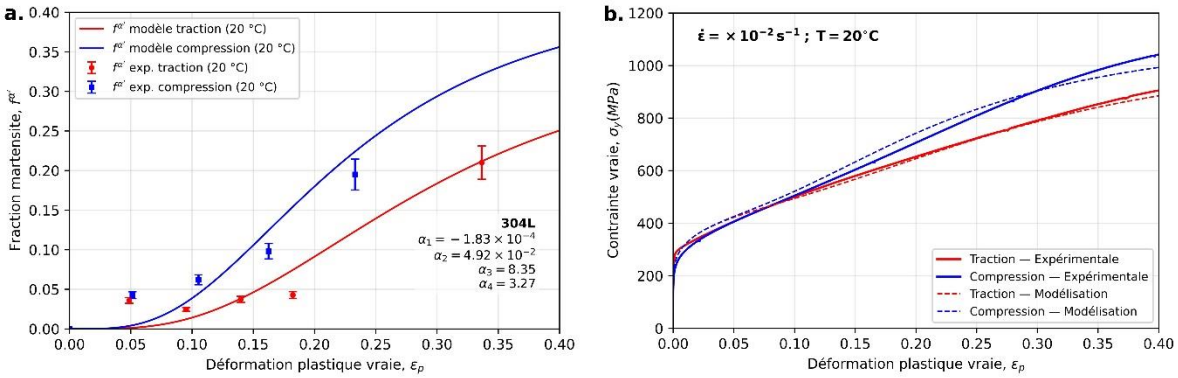

Figure IV-12 : *Comparatif essais de traction vs essais de compression avec a. la modélisation de la fraction de martensite transformée et b. la modélisation courbes contraintes vraie - déformation plastique vraie des essais réalisés à* $\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}\ et\ T = \ 20\ °C$.

3. Simulation numérique des essais à chargement uniaxial

Des essais de traction et de compression ont été conduits afin de valider les lois de comportement et de faire une comparaison avec les essais expérimentaux Les essais ont été réalisés sur la même plage de température et de vitesse.

3.1. Modélisation de l'essai de traction

Sous ColdForm, des simulations **(Figure IV-13)** sont toutes composées de trois solides. Deux solides indéformables représentant les mors dans le cas des essais de traction **(Figure IV-13a)** et des pions dans le cas des essais de compression **(Figure IV-13c)**, ainsi que le fil, d'un diamètre de 5,5 mm et de longueur 50 mm pour la traction et 8,2 mm pour la compression, représentant les longueurs utiles. Une maille tétragonale est utilisée d'une taille de 0,5 mm pour la traction et 0,2 mm pour la compression. Une étude a été réalisée pour vérifier la convergence des résultats. Des courbes sont ensuite extraites dont le point de référence est situé au barycentre de l'échantillon matérialisé par l'étoile **(Figure IV-13b et IV-13d)**, ce qui correspond à la zone mesurée expérimentalement en DRX et EBSD.

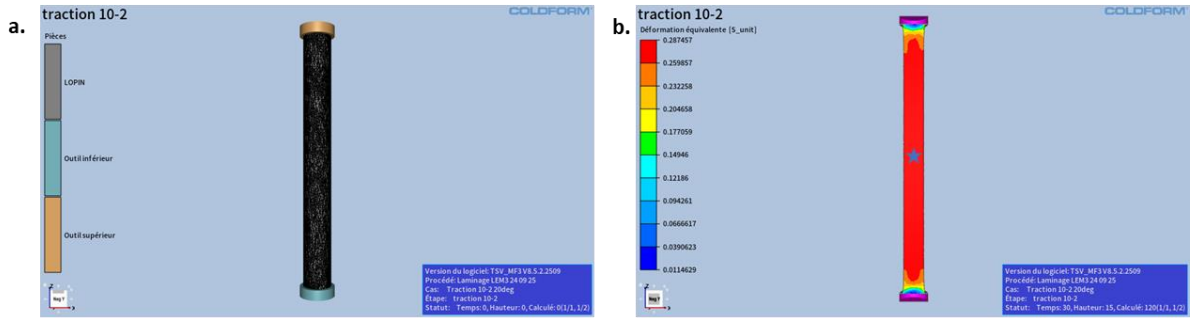

Figure IV-13: Modélisation 3D d'un a. essais de traction monotone avec b. l'évolution de la déformation plastique équivalente ainsi que la zone de mesure matérialisé avec une étoile.

Des essais de traction 3D ont également été conduit sur Abaqus par l'intermédiaire d'une VUMAT pour $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ et $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} s^{-1}$. L'objectif est de comparer les résultats obtenus sur ColdForm avec ceux obtenus sur Abaqus. La Figure IV-14a montre la modélisation effectuée pour les deux essais numériques et la **Figure IV-14b** le résultat. Le comportement modélisé au **paragraphe IV-1 et IV-2** est implémenté dans Abaqus Explicit selon une routine utilisateur VUMAT.
Les mailles utilisées sont d'éléments quadratiques explicit C3D8T couplés température-déplacement.

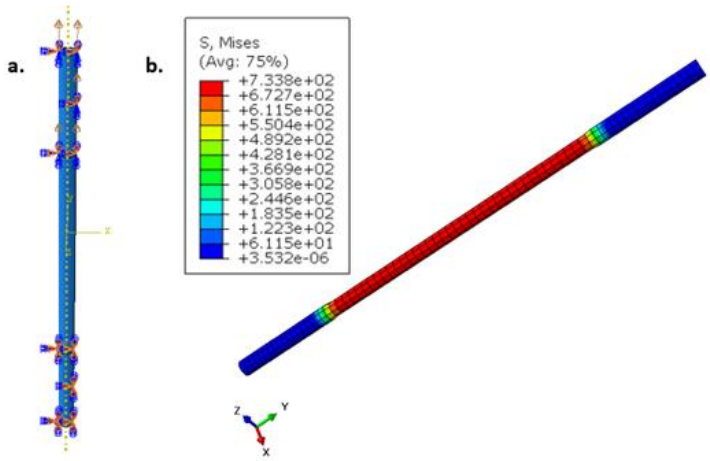

Figure IV-14: Modélisation des essais de traction sur Abaqus a. image du fil avec les conditions limites et b. résultat de la contrainte de Von Mises pour le 304L à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4}\ s^{-1}$ et $T = 20\ °C$.

3.2. Comparaison des résultats ColdForm – Abaqus

La **Figure IV-15** présente les courbes de contrainte vraie en fonction de la déformation plastique vraie, ainsi que l'évolution de la fraction de martensite $f^{\alpha'}$. Les résultats expérimentaux obtenus par DRX sont comparés aux simulations numériques issues des logiciels ColdForm et Abaqus. Globalement, les deux approches de modélisation reproduisent correctement les tendances observées expérimentalement, aussi bien pour la montée de la contrainte que pour la cinétique de transformation martensitique. Pour la **Figure IV-15a** ($\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$; $T = 20\,°C$), on observe que les simulations ColdForm ont tendance à surestimer la contrainte et la fraction de martensite par rapport aux mesures expérimentales, tandis que les simulations Abaqus les sous-estiment. Pour la **Figure IV-15b** ($\dot{\varepsilon} = 10^{-2}\ s^{-1}$; $T = 20\,°C$), les résultats Abaqus apparaissent nettement inférieurs aux données expérimentales. Cette différence s'explique par la manière dont la dissipation thermique est considérée. Dans Abaqus, tout le travail plastique est supposé se transformer en chaleur sans échange avec l'environnement, ce qui conduit à un échauffement local et donc à une réduction de la transformation martensitique. À l'inverse, ColdForm prend en compte une dissipation thermique avec l'environnement, ce qui limite cet échauffement et conduit à des résultats plus proches de l'expérience.

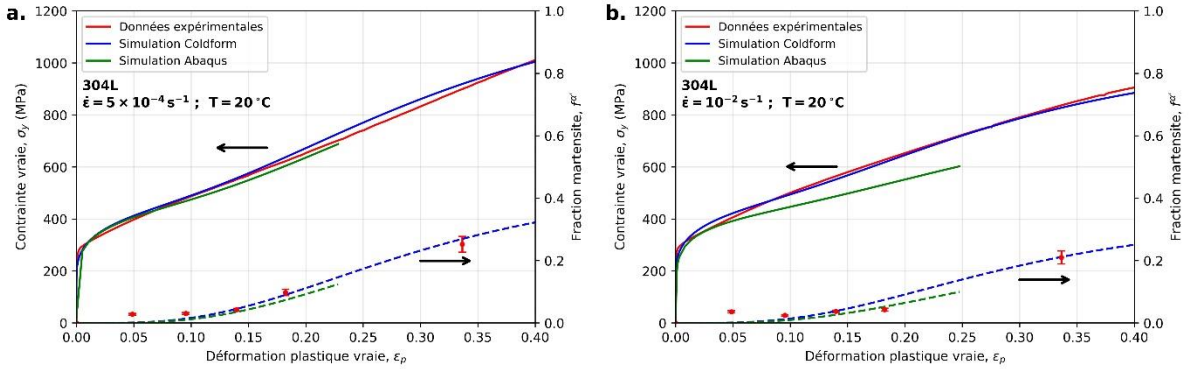

*Figure IV-15: Courbes de contrainte vraie- déformation plastique vraie et évolution de la fraction de martensite $f^{\alpha'}$ lors d'essais de traction sur l'acier 304L à $T = 20\,°C$ pour deux vitesses de déformation : a. $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ et b. $\dot{\varepsilon} = 10^{-2} s^{-1}$. Les résultats expérimentaux (en rouge) sont comparés aux simulations numériques issues de **ColdForm (en bleu)** et d'**Abaqus (en vert).** Les flèches indiquent les axes de lecture associés aux courbes de contrainte et de fraction martensite.*

Dans la suite de ce travail, l'accent sera mis sur les simulations réalisées avec **ColdForm**, car elles représentent de manière plus fidèle les phénomènes thermomécaniques observés expérimentalement, mais également car il s'agit du logiciel utilisé au sein de la société pour la modélisation et l'optimisation des procédés.

3.3. Effet de la vitesse de déformation

La **Figure IV-16** présente les courbes de contrainte vraie – déformation plastique vraie lors d'essais de traction monotone réalisés sur l'acier 304L pour différentes vitesses de déformation allant de $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ à $\dot{\varepsilon} = 10^{-1} s^{-1}$. Les courbes pleines représentent les résultats expérimentaux et les courbes pointillés les résultats numériques. L'ensemble des courbes met en évidence une évolution croissante de la contrainte avec la déformation, suivie d'un durcissement progressif. On constate également une bonne superposition entre les résultats expérimentaux et numériques, notamment aux faibles et moyennes déformations.

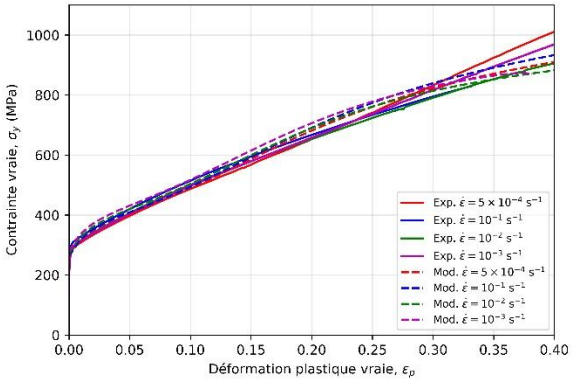

Figure IV-16: Effet de la vitesse de déformation sur les courbes de contrainte vraie – déformation plastique vraie prédites.

L'analyse montre que l'augmentation de la vitesse de déformation entraîne un léger renforcement de la contrainte d'écoulement lors des petites déformations puis le comportement s'inverse progressivement comme l'a montré les résultats expérimentaux. De légères différences apparaissent toutefois aux grandes déformations principalement dues au chauffage adiabatique surestimé lors des simulations.

3.4. Effet de la température

La **Figure IV-17a.** illustre l'évolution de la fraction volumique de la martensite alpha lors d'un essai de traction 3D simulé en fonction de la déformation plastique vraie pour deux températures d'essai (20 °C et 50 °C) les températures de 100 °C et plus n'ont pas été représentées graphiquement car aucune transformation de phase n'est visible avec ce modèle comme le démontre la **Figure IV-10.** Les points correspondent aux résultats expérimentaux sont obtenus en traction monotone, tandis que les courbes continues représentent la prédiction numérique du modèle implémenté dans la sous-routine du type VUHARD sur ColdForm. La **Figure IV-17b** présente les courbes contraintes vraies – déformations plastiques vraies des essais de traction avec en trait plein les résultats expérimentaux et en trait pointillé les prédictions numériques. De manière générale, les simulations reproduisent correctement les tendances mesurées expérimentalement bien qu'une petite divergence commence à apparaître pour les plus fortes déformations.

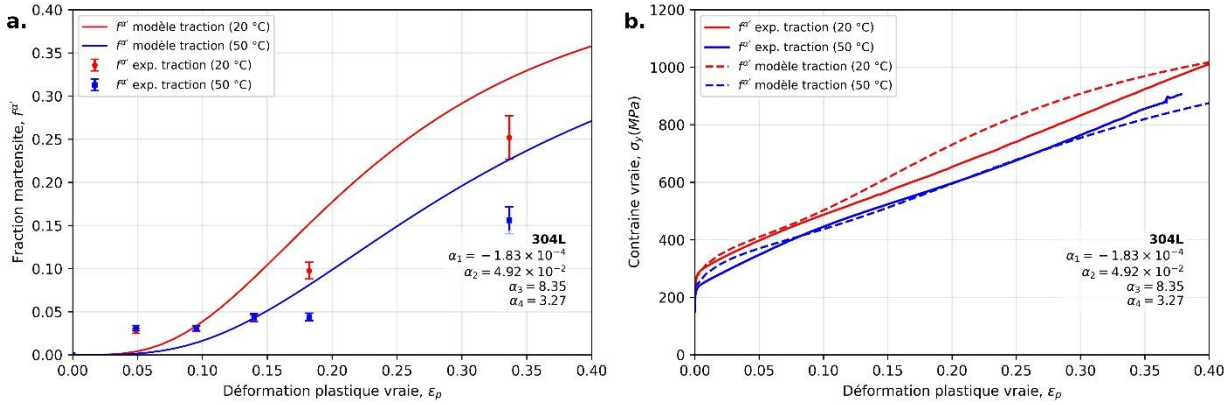

Figure IV-17: Effet de la température sur a. la transformation de phase et b. la contrainte vraie.

Ces résultats mettent en évidence la sensibilité de la transformation austénitique-martensite à la température. À 20 °C, la fraction de martensite croît rapidement dès les faibles niveaux de déformation traduisant une forte proportion de phase transformée. Pour 50 °C, la cinétique de transformation est ralentie, la loi qui est utilisée permet donc reproduire le rôle stabilisant de la température sur l'austénite. La comparaison modèle/expérience montre que la loi d'Olson-Cohen modifiée et intégré au logiciel capture de manière satisfaisante cette dépendance thermique.

Ces résultats confirment néanmoins la robustesse du modèle pour décrire l'influence de la vitesse dans le cadre d'une simulation 3D du laminage de fil de forme.

3.5. Essais de compression monotone

Avant de passer à la simulation du laminage, il est nécessaire de vérifier la triaxialité. Les simulations **(Figure IV-18)** sont toutes composées de trois solides. Deux solides indéformables représentant des pions dans le cas des essais de compression **(Figure IV-18a)**. Une maille tétragonale est utilisée d'une taille de 0,5 mm pour la traction et 0,2 mm pour la compression. Une étude a été réalisée pour vérifier la convergence des résultats. Des courbes sont ensuite extraites dont le point de référence est situé au barycentre de l'échantillon matérialisé par l'étoile **(Figure IV-18b)**, ce qui correspond à la zone mesurée expérimentalement en DRX et EBSD.

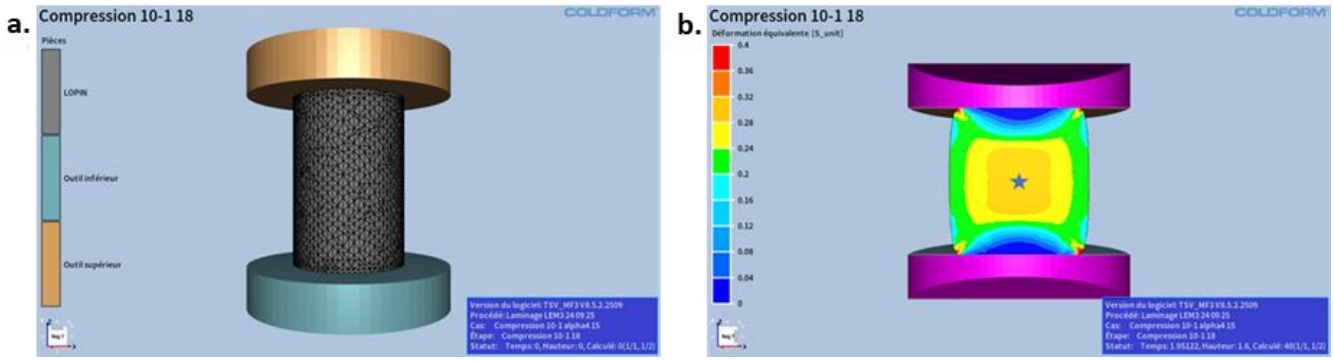

Figure IV-18: Modélisation 3D d'un a. essais de compression avec b. la déformation plastique équivalente ainsi que la zone de mesure matérialisée avec une étoile.

Des essais de compression ont été réalisés à différentes vitesses, les résultats sont disponibles sur la **Figure IV-19**. Il en retourne que les résultats en compression concordent avec la réalité.

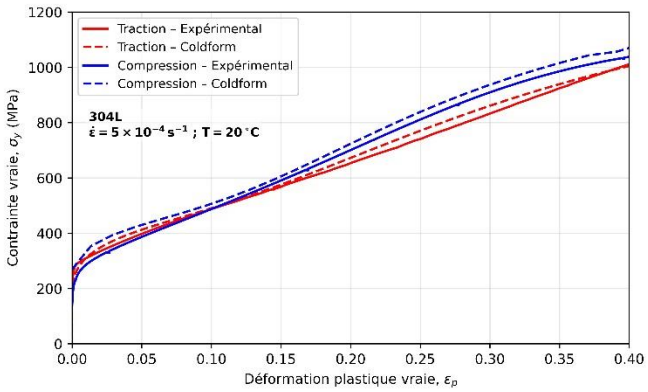

Figure IV-19: Comparatif entre essais de traction et compression expérimentale vs simulation ColdForm réalisé à. $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ *et* $T = 20\ °C$ *sur le 304L.*

4. Simulation numérique du laminage avec le 304L

4.1 Modélisation 2D du laminage

Une première approche a été réalisée sur Abaqus en 2D sans tenir compte de la transformation de phase et en reprenant les valeurs du 304L disponibles dans le **Tableau IV-1**. L'objectif était d'observer les effets de la température en laminage.

Une simulation de laminage 2D a été réalisée par la méthode des éléments finis avec le logiciel **Abaqus Explicit** (Dassault Systemes Simulia, 2024), comme illustré à la **Figure IV-20.** Le matériau est considéré isotrope et suit le critère de plasticité de von Mises. Le fil a été modélisé à l'aide d'éléments **CPS4R** de taille 0,25 mm tandis que les cylindres ont été supposés indéformables **(Figure IV-20).**

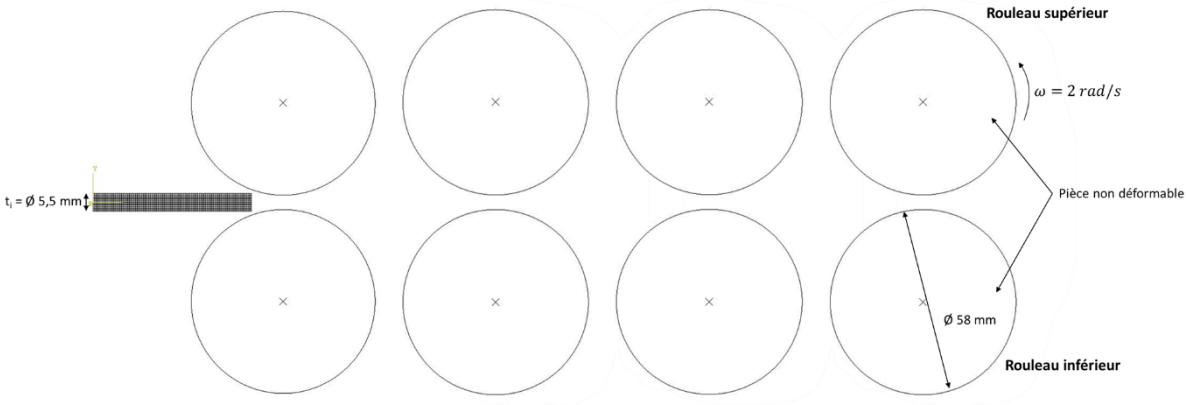

Figure IV-20: Modélisation 2D du laminage.

Une réduction d'épaisseur totale de 20 % a été imposée pour reproduire la condition expérimentale, obtenue par une succession de quatre passes de réduction identiques. La température initiale ***Tref*** a été fixée à 20 °C et le coefficient de frottement de Coulomb μ à 0,2. L'élévation de température ΔT due au travail plastique est donnée par l'équation $[\boldsymbol{II - 23}]$.

Une modélisation simple a été réalisée en utilisant la loi de Johnson-Cook pour décrire le comportement thermo-viscoplastique. La déformation liée à la réduction d'épaisseur s'effectue sur une durée d'environ 0,1 s, correspondant à une vitesse moyenne de déformation d'environ 2 s^{-1}, domaine dans lequel la loi de Johnson–Cook reste valide (B. Jia et al., 2021). Le gradient thermique apparaît comme l'une des raisons principales expliquant la formation hétérogène de martensite en fonction de l'épaisseur, comme il avait été observé en **Figure III-44 (chapitre 3)**.

La **Figure IV-21a** montre la zone de déformation durant le laminage, avec les résultats de température. La température maximale atteinte est de **74 °C**, localisée en fin de zone de déformation et proche du contact avec les cylindres. Ce résultat est cohérent avec la littérature (Abedi & Serajzadeh, 2018) et avec les simulations de Khan et al. (Khan et al., 2004). La température (**Figure IV-21b**) au centre de l'éprouvette laminée reste plus faible. Ces observations suggèrent que l'échauffement localisé empêche la transformation austénite–martensite en raison de l'augmentation de la température de contact rouleaux-échantillon. Des études expérimentales sur l'acier inoxydable austénitique 304L (Qin & Xia, 2020b) ont montré la relation entre l'échauffement lors d'un essai de traction et la transformation de phase. En raison des gradients thermiques, la fraction martensitique dépend fortement de la température locale : celle-ci est plus élevée dans les zones froides et plus faible dans les zones chaudes comme il a été démontré dans le **chapitre 3.**

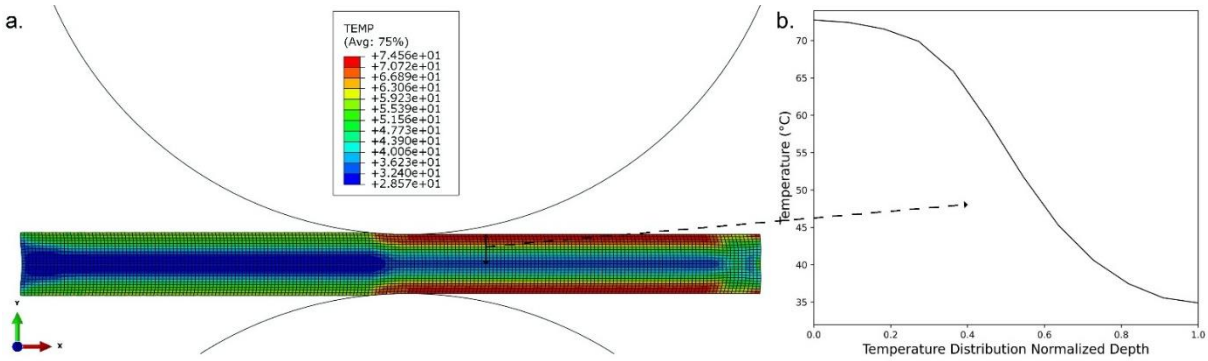

Figure IV-21: Evolution de la température lors d'une simulation 2D du laminage a. température donnée en °C, b. l'évolution de la température en °C de la surface vers le centre de l'échantillon. La flèche indique la variation de la température de la surface vers le centre de l'échantillon laminé.

La **Figure IV-22** montre l'augmentation de température au centre de l'échantillon jusqu'à 15% de déformation plastique vraie**,** correspondant à une réduction d'épaisseur totale de 20% par étapes successives de 5% de réduction d'épaisseur. La fraction de phase mesurée par DRX en traction et en laminage est similaire jusqu'à 20% de déformation vraie. La courbe contrainte-déformation obtenue par simulation ne présente aucune divergence par rapport à la courbe expérimentale de traction jusqu'à 15 % de déformation plastique vraie**.**

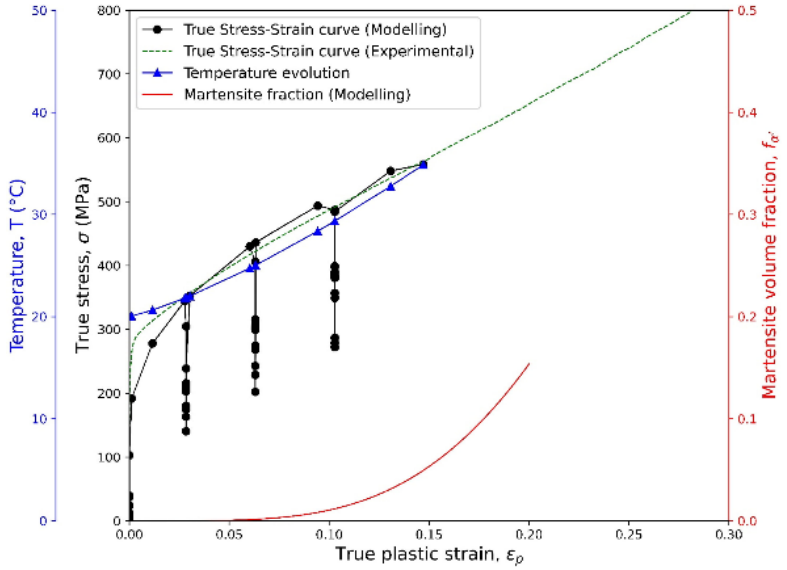

Figure IV-22: En bleu : variation de la température au centre pendant le laminage à froid multi passe obtenue avec Abaqus ; en rouge : fraction volumique de martensite calculée par simulation numérique du laminage à froid à $\dot{\varepsilon} = 5 \cdot 10^{-4} s^{-1}$ et $T = 20\ °C$; en vert : courbe de traction expérimentale ; en noir : courbes contrainte–déformation au centre pendant le laminage multi passe modélisées par simulation numérique.

Outre la température T et la déformation plastique ε_p, la vitesse de déformation plastique $\dot{\varepsilon}_p$et le paramètre de triaxialité ∑ sont les principaux facteurs expliquant l'évolution de la transformation de phase (**Figure IV-23a).** La déformation n'est pas homogène dans l'épaisseur. Le matériau est soumis principalement à une contrainte de compression σ_{22}. En raison du frottement rouleaux/échantillon, une contrainte de cisaillement σ_{12} supplémentaire apparaît en surface par rapport au centre **(Figure IV-23a).**

Ainsi, le paramètre de triaxialité ∑ varie le long de l'épaisseur **(Figure 23b**), suivant les mêmes tendances que la formation de martensite. Polatidis et ses collègues (Polatidis et al., 2018) ont montré que des chargements appliqués en directions opposées modifient fortement la cinétique de transformation martensitique. Alors qu'un chargement uniaxial ou équiaxial favorise la transformation, une combinaison traction – compression la retarde. Dans le cas du laminage à froid, des composantes de compression, traction et cisaillement coexistent, notamment en surface.

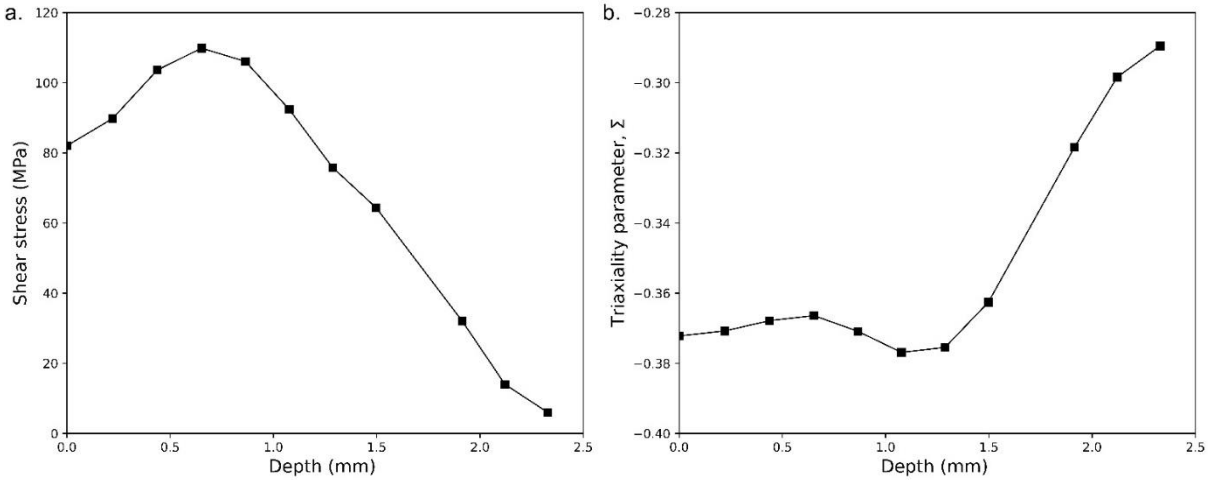

Figure IV-23: Résultats de la simulation montrant l'évolution de a. la contrainte de cisaillement et b. la triaxialité dans la zone de déformation lors du laminage à froid.

Enfin, la combinaison des chargements opposés combinée à l'échauffement explique la moindre proportion de martensite observée près des contacts, en accord avec les résultats expérimentaux **(figureIII-45)**. Les simulations suggèrent que la distribution de martensite est inversement proportionnelle à la température locale. À cœur, le chargement est principalement compressif, et la transformation martensitique est similaire à celle observée en traction uniaxiale. La **Figure IV-22 et IV-23** illustre l'évolution contrainte – température selon la déformation en un point du centre de la zone laminée. L'évolution de phase attendue est en accord avec les valeurs issues de l'équation d'Olson et Cohen.

4.2. Simulation 3D du laminage simple plat chant rond

Afin de valider l'application du modèle dans des conditions proches de l'expérience, une simulation numérique du laminage simple a été réalisée sur un fil plat chant rond. Les conditions de la simulation ont été définies de manière identique aux essais expérimentaux de référence, afin de permettre une comparaison directe. La **Figure IV-24** présente le contexte de la simulation 3D mise en œuvre, incluant la géométrie du fil, les conditions aux limites et la configuration du procédé.

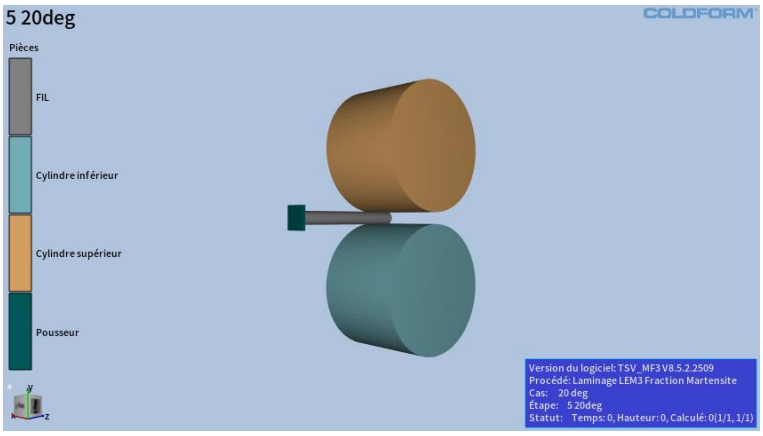

Figure IV-24: Modélisation 3D du laminage à plat effectué en laboratoire.

La simulation est composée de deux cylindres de 58 mm de diamètre et 100 mm de longueur, modélisés comme des outils coques rigides non déformables, discrétisés à l'aide d'éléments triangulaires de 2,8 mm. La vitesse de rotation des rouleaux est fixée à 19,1 tr/min.

Le fil, de 5,5 mm de diamètre et de 50 mm de longueur, est représenté comme un cylindre déformable maillé en éléments tétraédriques de 0,4 mm. Il est amené en contact avec les cylindres par un outil pousseur, se déplaçant à une vitesse de 50 mm/s.

Les conditions de frottement sont modélisées par un coefficient constant de 0,2. Enfin, le transfert thermique entre les pièces est considéré comme moyen, avec un coefficient d'échange de 10 000 $W/m^2 \cdot K$.

La **Figure IV-25** présente l'évolution de la fraction de martensite le long de l'échantillon. Numériquement, le maximum atteint est d'environ 70 %, tandis que la diffraction des rayons X (DRX) indique ≈ 90 % dans l'expérience. Malgré cet écart, le modèle reproduit correctement l'ordre de grandeur de la transformation martensitique surtout dans les petites et moyennes déformations, ce qui est suffisant du point de vue de l'industriel. D'une manière générale, lors de la mise en forme des profils, un écrouissage maximal de 30 % par section équivalente est toléré. Au-delà de cette limite, un traitement de recuit doit impérativement être mis en œuvre afin de restaurer les propriétés métallurgiques du matériau et d'éviter l'apparition de fissures ou de ruptures.

Les **Figures IV-25a-c** montrent la répartition de la fraction de martensite via une vue de coupe au niveau de l'entrefer. Une croix de forgeron est visible comme sur les matériaux ayant subi une forte compression. Elle permet également de montrer l'évolution de la martensite suivant l'épaisseur et ainsi une fraction de martensite plus importante au centre qu'au bord comme le montre la **Figure III-44.**

La **Figure IV-25d** présente l'évolution de la martensite induite par déformation au centre du matériau, mesurée par DRX et comparée aux prédictions de la simulation. L'allure générale des courbes est similaire et relativement proche, à l'exception des faibles et fortes déformations.

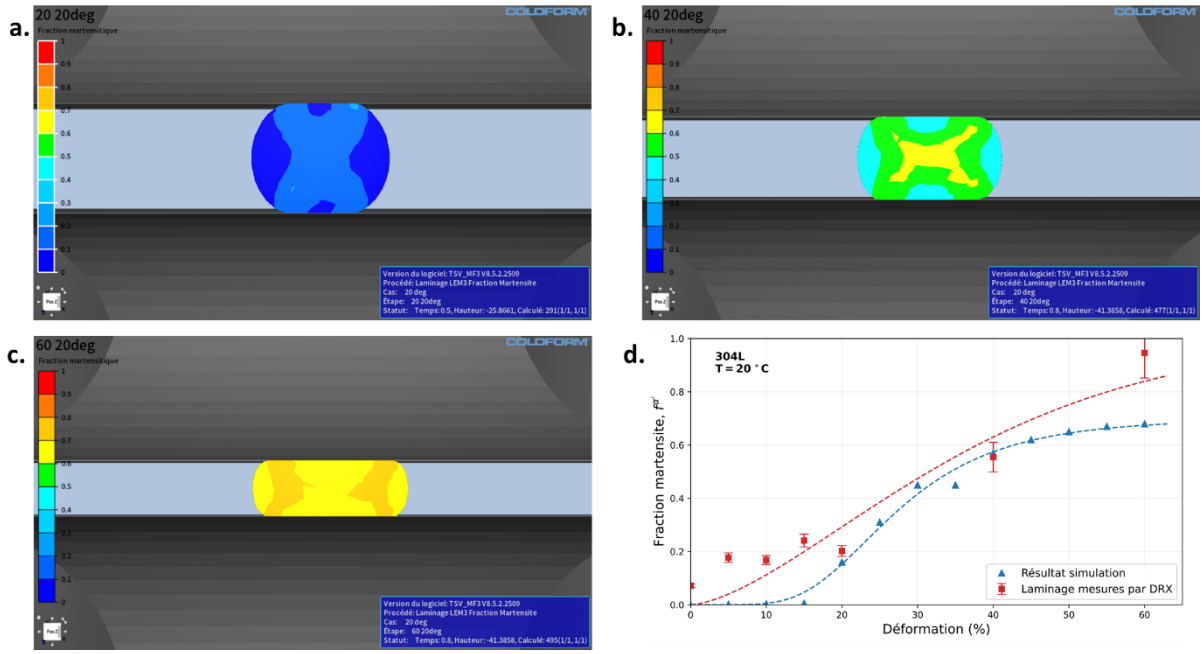

Figure IV-25: Résultat numérique de la simulation 3D sous ColdForm du laminage à plat réalisé en laboratoire à 20 °C avec la prédiction de martensite formée en vue de coupe à a. 20%, b. 40%, c. 60% et d. évolution de la fraction martensite au milieu de la pièce en fonction de la déformation.

Pour les faibles déformations, l'écart peut s'expliquer par la présence de martensite induite lors des étapes de découpes et de polissage de l'échantillon. L'hypothèse d'une fraction initiale de martensite déjà présente dans le matériau de base ne peut pas non plus être exclue.

Pour les fortes déformations, la divergence observée provient du paramètre β, considéré comme constant dans la loi programmée. En réalité, tout comme le paramètre α, il évolue avec les conditions de déformation (Température, vitesse, état de contrainte…). Il serait donc intéressant de proposer une loi permettant de faire varier la valeur de β. A l'heure actuelle, aucun modèle n'a été identifié dans la littérature.

Des mesures ont également été prises le long de l'épaisseur afin de pouvoir faire une comparaison numérique – expérimentale. La **Figure IV-26** montre ces résultats. Trois courbes sont visibles 20%, 40 et 60% de réduction d'épaisseur. Comme pour la Figure III-45, les mesures sont prises du bord de l'échantillon (contact avec les rouleaux) jusqu'au centre de l'échantillon. Des valeurs ont été prises tous les 0,1 mm puis normalisées.

Comparativement à la **Figure III-45**, l'évolution de la fraction de martensite obtenue par simulations numériques **(Figure IV-26)** est similaire à celle obtenue par EBSD. La sigmoïde est bien visible, avec une fraction de martensite plus élevée au centre qu'en bord, comme observé sur la **Figure IV-25d**. Cependant, la proportion simulée reste nettement supérieure (jusqu'à 70 % de phase transformée contre un maximum de 40 % en EBSD). Cela s'explique par la méthode utilisée en simulation : les résultats issus des essais de DRX ont été employés pour la modélisation, et non les résultats EBSD. Pour rappel, les données DRX ont été choisies car elles représentent davantage la réalité grâce à leur caractère plus macroscopique.

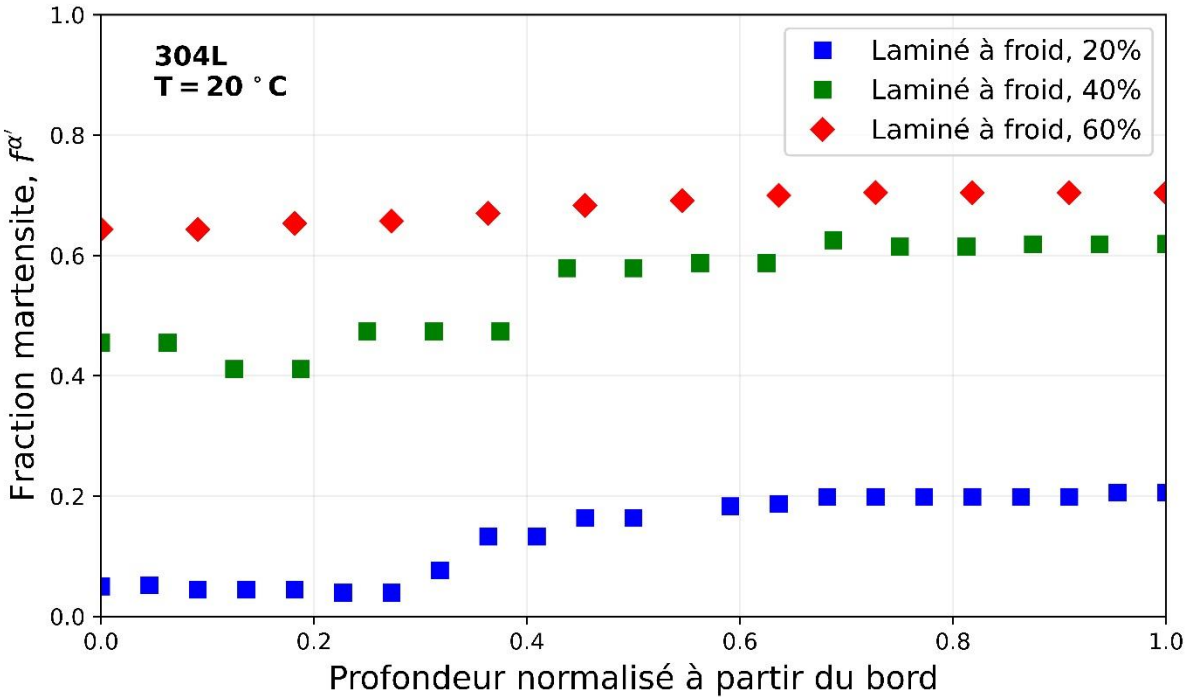

Figure IV-26: Evolution de la martensite prédite sur ColdForm pour un échantillon en 304L en fonction de la profondeur normalisée pour des échantillons laminés à froid à 20%, 40% et 60%.

4.3. Simulation 3D d'une forme complexe

L'entreprise partenaire fabrique une large gamme de profilés utilisés dans divers secteurs tels que l'agroalimentaire, le médical ou encore le bâtiment. Nous allons évaluer les performances de notre approche sur la modélisation d'opération de laminage d'une agrafe à béton.

4.3.1. Cas pratique – mise en forme du profil d'une agrafe hélicoïdale à béton, prédiction de la martensite formée

Dans ce paragraphe, il est question de l'agrafe à béton, employée par les professionnels du BTP pour freiner ou stopper la propagation des fissures **(Figure IV-27)**. Sa forme hélicoïdale lui permet de s'ancrer facilement dans le béton et d'assurer le maintien de la fissure refermée. Le matériau généralement utilisé, l'acier inoxydable 304L, garantit une durabilité optimale et une utilisation à vie. Cependant, sa mise en forme très complexe représente un défi technique tant sur la forme que sur les caractéristiques mécaniques et microstructurales.

Un certain nombre de passes qui ne seront pas révélées pour des raisons de confidentialité ont été nécessaires pour fabriquer le fil. Le temps total de simulation de la ligne complète a pris environ une quinzaine d'heures.



Figure IV-27: Exemple d'application d'une agrafe à béton hélicoïdale pour la consolidation d'une fissure murale.

L'entreprise partenaire s'occupe de livrer le client en bobine de fil avec la géométrie de la section finale demandée. Le client, quant à lui, s'occupe de redresser, tourner et couper le fil dans sa longueur finale dans le but de vendre les agrafes aux entreprises de BTP spécialisé et aux grandes surfaces de bricolage. Il est donc nécessaire d'avoir un fil suffisamment dur pour ne pas casser ou se déformer plastiquement lors de la reprise de charge du mur mais aussi suffisamment ductile pour permettre au client de tourner le fil.

4.3.2. Mise en simulation formation de la fraction de martensite

Une simulation du procédé de fabrication a été réalisée en intégrant l'ensemble des opérations de laminage, passant d'un fil rond de diamètre 5,5 mm à cette forme d'ailettes. La **Figure IV-28** illustre la zone de l'entrefer lors de la dernière opération **(Figure IV-28b)** et pour une opération intermédiaire **(Figure IV-28a)**. On observe clairement que la martensite induite par déformation se forme préférentiellement au niveau des ailettes, et plus particulièrement au centre, avec une fraction maximale de 35 % de phase transformée.

Cette simulation met ainsi en évidence l'hétérogénéité de la formation de la martensite, mais également les zones critiques susceptibles de provoquer des ruptures de fils dans les parties les plus fragiles du matériau. La zone centrale et les extrémités des ailettes ne présentent pas ou peu de transformation de phase.

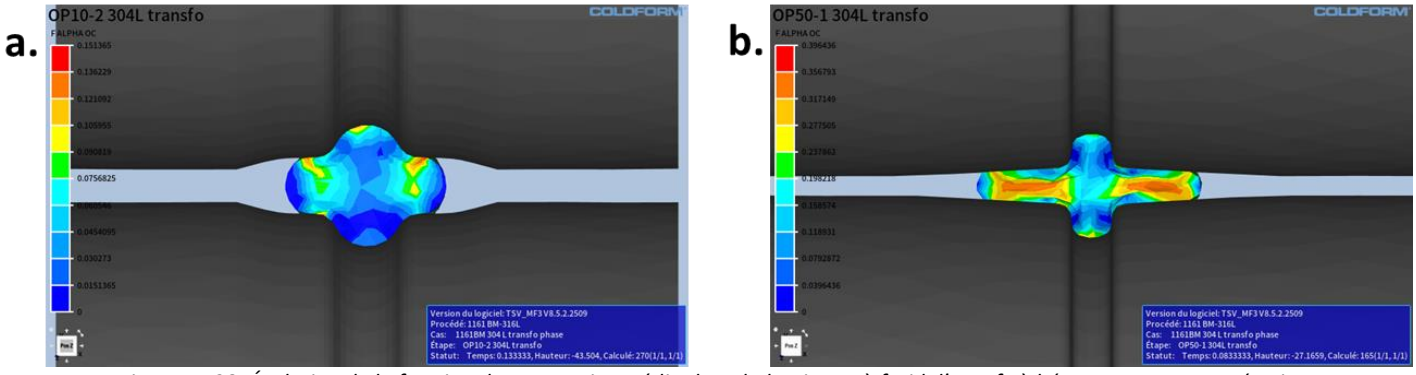

Figure IV-28: Évolution de la fraction de martensite prédite lors du laminage à froid d'agrafe à béton pour a. une opération intermédiaire et b. fil fini avant bobinage.

4.4.3. Importance de la transformation de phase sur l'usure des outils

Plusieurs casses de rouleaux ont été remarquées, voir **Figure 1**, sur ce profil surtout au niveau des ailettes et de l'arrondie entre le fond de la gorge et les ailettes. Afin de prévoir ce problème, ColdForm dispose de plusieurs lois d'usure dans sa programmation. Dans cette étude, la loi d'Archard a été utilisée. La forme est donnée par la formule $[\boldsymbol{II} - \mathbf{45}]$**.**

Il en ressort que la contrainte joue un rôle déterminant dans le calcul de l'usure. En effet, une modélisation du laminage sans prise en compte de la transformation de phase conduit à une contrainte équivalente plus faible, et donc à une usure prédite réduite.

La **Figure IV-29** illustre cette différence. La simulation avec transformation de phase **(Figure IV-29a)** présente un niveau d'usure plus élevé que celui sans transformation (**Figure IV-29b**), pour un même incrément de calcul $t = 0{,}083\ s$ avec une valeur de moyenne de 225 mm.MPa pour le modèle avec transformation contre 175 mm.MPa pour le modèle sans transformation.

Ainsi, la prise en compte de la transformation de phase apparaît indispensable dans l'évaluation de l'usure, car elle conditionne la fréquence des révisions de la forme et la fiabilité des prédictions issues des modèles.

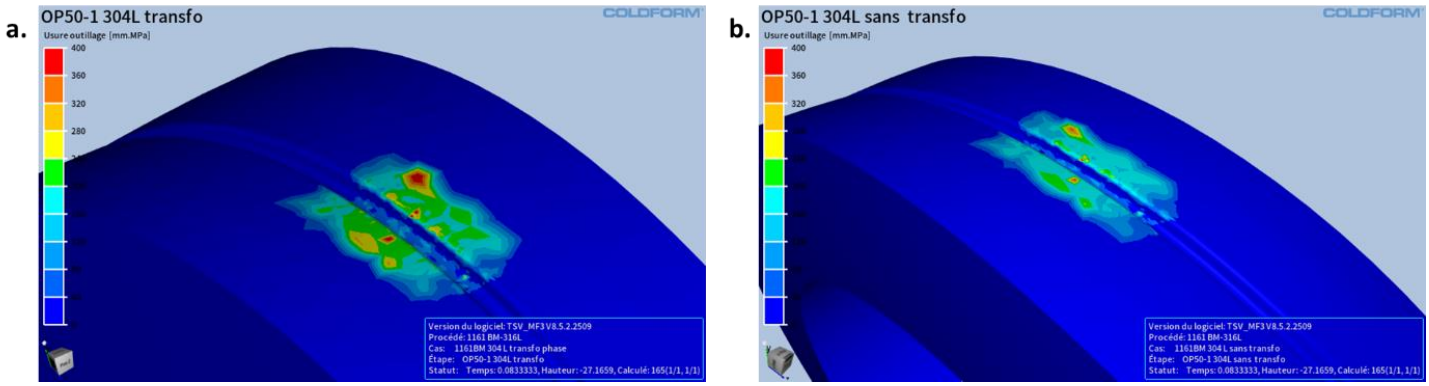

Figure IV-29: Résultat numérique de la prédiction de l'usure de l'outil sur a. le profil prenant en compte la transformation de phase et b. le profil sans transformation de phase.

Pour montrer l'impact de la transformation de phase sur l'usure, des simulations avec 302HQ et le 316L ont été réalisées sur le même profil (**Figure IV-30)** et les mêmes conditions de laminage.

La **Figure IV-30a** montre le résultat de la simulation pour le 316L. Pour un même instant de calcul une valeur de moyenne d'usure de 190 MPa.mm ce qui est moins que le 304L transformé (225 mm.MPa). Cela implique une durée de vie plus élevée des outils pour le laminage du 316L. Les zones endommagées sont identiques avec les contraintes les plus élevées sur les rayons proches de la rainure centrale.

Le résultat de la simulation pour le 302HQ est montré sur la **Figure IV-30b**. Il est intéressant de remarquer que le niveau de contrainte est le plus bas (180 mm.MPa) pour ce matériau. Cela est dû à l'ajout du cuivre qui facilite sa mise en forme et permet également d'avoir une durée de vie des outils la plus élevée avec transformation de phase quasi inexistante.
L'acier 302HQ est donc une nuance très intéressante du point de vue du fabricant.

a. b.

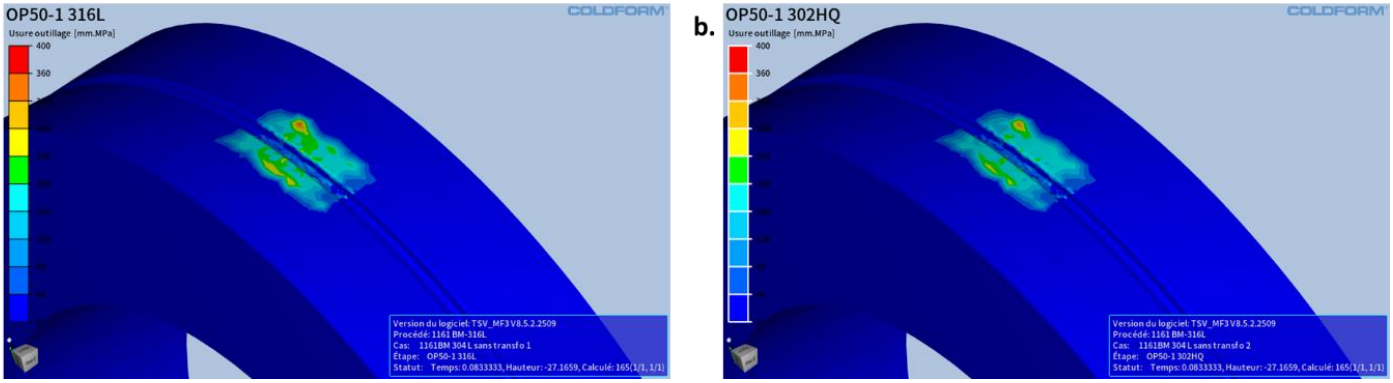

Figure IV-30: Résultat numérique de la prédiction de l'usure de l'outil sur a. le profile en 316L et b. le profil en 302HQ.

5. Conclusion du chapitre

Ce chapitre a permis de valider et d'appliquer le modèle de transformation de phase au 304L sous différents modes de chargement en 3D, en s'appuyant sur l'implémentation d'une variable utilisateur sur Abaqus et ColdForm.

Les premiers essais de traction et de compression sous chargement monotone ont confirmé la capacité du modèle à reproduire l'influence de la vitesse de déformation et de la température sur la fraction de martensite formée en fonction de la déformation plastique. Les résultats numériques ont montré une bonne cohérence avec les observations expérimentales.

L'extension du modèle au laminage 3D a mis en évidence la localisation préférentielle de la martensite dans les zones fortement sollicitées, avec une composante de compression dominante et dans laquelle la température reste relativement basse. La simulation a également reproduit le gradient de température dans la section des échantillons laminés et a donné une estimation de la température proche de la surface cohérente avec le Md30/50. Le rôle de la triaxialité a également été souligné, indiquant que ce paramètre doit être pris en compte dans les procédés de mise en forme métalliques complexes afin de prédire avec justesse la transformation de phase, en particulier lors du laminage

Cette approche a également permis d'analyser l'influence de la transformation de phase sur le comportement global du matériau en termes de contraintes équivalentes. Les simulations ont clairement montré que la prise en compte de la transformation de phase conduit à des niveaux de contraintes et d'usures plus élevés, ce qui implique une révision plus fréquente des outils de mise en forme.

Le cas pratique de la mise en forme d'une agrafe hélicoïdale à béton a permis d'illustrer concrètement l'intérêt de la modélisation. La prédiction sur la phase martensitique transformée souligne la pertinence du modèle pour anticiper les zones critiques de fragilité et optimiser la conception des procédés de laminage.

Ce chapitre démontre l'importance d'intégrer la transformation de phase dans les simulations 3D de mise en forme du 304L pour améliorer la précision des prédictions de comportement, mais également pour mieux évaluer la durabilité des outils.

Conclusion et perspectives

1. Conclusion

Dans cette étude, le comportement mécanique couplé à une étude microstructurale des aciers inoxydables austénitiques et plus particulièrement du 304L, 316L et 302HQ a été analysé. L'objectif principal consistait à améliorer la compréhension des mécanismes de déformation et de prédire la possible évolution de la transformation de phase lors du laminage de forme complexes en fonction de la déformation plastique, la vitesse de déformation, de la température et de l'état de contrainte. Un modèle phénoménologique basé sur les travaux d'Olson et Cohen a été utilisé pour la transformation de phase ainsi que les équations constitutives de la loi de Johnson-Cook pour décrire le comportement mécanique de chaque phase. La prise en compte des différentes phases a été effectuée grâce à la loi des mélanges sur les modules de plasticité permettant ainsi de reconstituer le comportement global du matériau lors des opérations de mise en forme telles que le laminage.

Une première partie a été consacrée à une étude bibliographique approfondie sur les mécanismes de déformation des aciers inoxydables austénitiques. Ils mettent en évidence le rôle des dislocations, du maclage ainsi que de la transformation martensitique induite par déformation notamment pour le 304L. Cette transformation apparaît comme un phénomène complexe, gouvernée par un ensemble de paramètres thermodynamiques tels que l'énergie de fautes d'empilement, les relations cristallographiques entre les phases ainsi que des facteurs microstructuraux incluant la taille de grain, et la composition chimique.

Il a été établi que la transformation de phase est fortement influencée par la température, la déformation plastique et la vitesse de déformation. L'échauffement adiabatique, inhérent à la plasticité, tend à inhiber la transformation martensitique à vitesse plus élevée. L'état de contrainte et la triaxialité associée sont également des facteurs décisifs qui ont été démontrés par les résultats de la simulation numérique.

La littérature souligne également l'importance de la température Md qui permet d'anticiper le comportement du matériau sous sollicitation mécanique réelle, en intégrant à la fois les effets microstructuraux et thermomécaniques.

Dans le but de fournir tous les éléments nécessaires à la simulation numérique, des essais mécaniques ont été réalisés à différentes vitesses de déformation sous des gammes de température variées afin de caractériser la sensibilité de la transformation de phase aux conditions thermomécaniques. Les courbes contrainte-déformation obtenues ont permis de mettre en évidence le mécanisme de durcissement résultant de la transformation de l'austénite en martensite dans le 304L ainsi que de l'importance de la vitesse de déformation notamment sur l'échauffement adiabatique permettant de limiter cette transformation martensitique.

Les observations microstructurales réalisées au microscope électronique à balayage (MEB) équipé d'une caméra EBSD (Electron BackScatter Diffraction) ainsi que la Diffraction des Rayons X (DRX) ont confirmé la présence et l'évolution de la martensite induite par déformation en fonction des conditions de sollicitation. La quantification de la fraction de martensite a montré une dépendance marquée vis-à-vis de la température d'essai, de la vitesse de sollicitation et de la composition chimique.

Une attention particulière a été portée sur l'influence du cuivre dans les aciers inoxydables austénitiques. Les essais de laminage menés sur le 302HQ laminé à température ambiante et à 100 °C ont montré que le cuivre n'avait pas un effet aussi stabilisant que le nickel, mais qu'il reste tout de même un élément de choix pour faciliter la mise en forme et garantir une transformation de phase limitée.

Toutes ces données expérimentales ont servi non seulement à calibrer les lois de comportement mécanique mais aussi à évaluer la pertinence des approches analytiques.

Un modèle de simulation numérique intégrant la transformation de phase austénite – martensite a été développé et appliqué sur deux logiciels commerciaux. Le modèle a été implémenté sous forme de sous-routine utilisateur dans les logiciels Abaqus et ColdForm, permettant de traiter les cas de chargement tridimensionnel.

Les simulations de traction et de compression monotone ont validé la capacité du modèle à reproduire l'effet combiné de la vitesse de déformation et de la température sur la cinétique de transformation martensitique. Les résultats numériques ont montré une bonne cohérence avec les observations expérimentales, confirmant la pertinence du couplage thermomécanique et de la loi de transformation basée sur le modèle d'Olson et Cohen.

L'application du modèle à un cas concret industriel de laminage tridimensionnel a mis en évidence une localisation préférentielle de la transformation martensitique dans les zones les plus sollicitées en particulier en compression et dans des conditions de température relativement basse. Ces résultats ont également montré que la prise en compte de la transformation de phase conduit à une augmentation des contraintes équivalentes et des usures locales des rouleaux de laminage, impliquant des révisions plus fréquentes des outils de mise en forme du fabricant.

En résumé, ce travail a permis de caractériser expérimentalement le comportement des aciers inoxydables austénitiques, de mettre en évidence les principaux paramètres influençant la transformation martensitique induite par déformation et de développer un modèle numérique validé par comparaison avec les observations.

2. Perspectives

Les perspectives sont multiples et concernent aussi bien l'approfondissement des connaissances fondamentales que le développement d'applications industrielles.
Une première piste d'amélioration importante de ce travail concerne la validation des essais expérimentaux. Les résultats numériques obtenus montrent une bonne cohérence avec les tendances décrites dans la littérature et celles obtenues expérimentalement. Une campagne expérimentale spécifique réalisé sur la même plage de température et de vitesse associées à des mesures in situ de diffraction des Rayon X ou d'EBSD, permettrait d'observer les mécanismes de déformation plastique par glissement des dislocations et par maclage ainsi que la formation de la phase martensitique en temps réel.

Un autre axe de recherche prometteur concernerait l'étude du rôle de la texture cristallographique dans la transformation martensitique induite par déformation. La transformation $\boldsymbol{\gamma \rightarrow \alpha'}$ est fortement dépendante de l'orientation cristallographique initiale des grains austénitiques, certaines orientations favorisant le glissement ou le maclage tandis que d'autres présentent une tendance accrue à la nucléation de la phase martensitique. Les orientations influencent directement la cinétique de transformation, ainsi que la morphologie de la fraction volumique de martensite formée. Une caractérisation détaillée ainsi que l'intégration explicite de la texture dans le modèle constitueraient une avancée majeure, permettant de prédire la fraction moyenne de martensite mais également l'hétérogénéité locale de la transformation. Cela offrirait une description plus réaliste du comportement des aciers inoxydables austénitiques et ouvrirait la possibilité de relier la texture issue des procédés de mise en forme tels que le laminage aux performances mécaniques finales. Une corrélation directe entre l'histoire microstructurale et la transformation de phase/stabilité de l'austénite pourra être établie.

La phase martensitique a été étudiée par EBSD. Compte tenu de la résolution de cette technique, le mécanisme responsable de la formation de la martensite n'a pas pu être éclairci. Il serait intéressant de faire des observations au MET qui pourraient également mettre en évidence la phase epsilon (ε) qui n'a pas pu être détectée dans ce travail.

Le rôle de la taille des grains n'a pas été étudié et n'est donc pas pris en compte dans le modèle. Actuellement, le modèle développé repose uniquement sur une description homogène du matériau. Bien que l'entreprise n'ait qu'un principal fournisseur, le contexte économique mondial actuel pousse les entreprises à diversifier leurs fournisseurs, imposant donc une variation non négligeable de la taille de grain. L'introduction de cette hétérogénéité dans la modélisation représenterait une avancée significative, permettant également de mieux prédire la réponse réelle du matériau et d'améliorer la représentativité des simulations.

La prise en compte de l'endommagement constituerait également une perspective majeure. Dans de nombreux procédés industriels, la plasticité et la transformation martensitique s'accompagnent de l'amorçage et de la propagation de microfissures, influençant directement la formabilité et la durée de vie des pièces. L'intégration d'un critère d'endommagement couplé à la transformation de phase offrirait un outil pertinent pour prédire les limites de mise en forme et anticiper les phénomènes de rupture.

Par ailleurs, le caractère sensible et fortement non linéaire de la transformation martensitique aux conditions locales justifierait une évolution du modèle d'Olson et Cohen. Dans l'état actuel, seulement le terme α, qui est la probabilité d'activation d'un site d'intersection est explicitement relié à la température, à la vitesse de déformation et à la triaxialité des contraintes, ce qui est suffisant jusqu'à 40% de réduction

d'épaisseur (Iwamoto, 2002; Iwamoto et al., 1998; Olson & Cohen, 1975; Sierra & Nemes, 2008). En revanche, β, représentant la cinétique de formation des bandes de cisaillement, est considérée constante dans les améliorations du modèle. L'introduction d'une formulation sur β, prenant en compte également l'effet de la température, de la triaxialité et de la vitesse de déformation offrirait une représentation plus complète du comportement mécanique. Cela permettrait d'augmenter la fiabilité du modèle notamment sur les grandes déformations ou pour la mise en forme de profils complexes.

Les lois de comportement implémentées dans ColdForm étant limitées, celle du modèle de Johnson-Cook a été utilisée dans ce travail. Pour plus de précision, le comportement mécanique pourrait être modélisé avec une loi élasto-viscoplastique type Chaboche.

Il convient de souligner que cette méthodologie de développement est utilisable pour d'autres familles d'alliages. Les aciers TRIP ou duplex subissent également la transformation martensitique induite par déformation. L'adaptation du modèle élaboré dans ce travail pour ces matériaux élargirait considérablement son champ d'application et renforcerait sa pertinence scientifique et technologique.

RÉFÉRENCES

Abbaschian, R., Abbaschian, L., & Reed-Hill, R. E. (1992). *Physical Metallurgy Principles*.

Abedi, F., & Serajzadeh, S. (2018). Mechanical Properties and Strain-Induced Martensite Transformation in Cold Rolling of 304L Stainless Steel Plate. *Journal of Materials Engineering and Performance*, *27*(11), 6155–6165. https://doi.org/10.1007/s11665-018-3643-9

AGST Draht & Biegetechnik | Edelstahldraht | Drahtbiegen. (2025). agst. https://www.agst.de

Ahmed, M., Nasim, I., & Husain, S. W. (1994). Influence of nickel and molybdenum on the phase stability and mechanical properties of maraging steels. *Journal of Materials Engineering and Performance*, *3*(2), 248–254. https://doi.org/10.1007/BF02645850

Akdoğan, İ. B., Davut, K., Güden, M., Erten, H. İ., Taşdemirci, A., Maleki, F. K., & Gök, M. S. (2026). The Johnson and Cook damage and flow stress model parameters of a rolled stainless steel 304 alloy. *European Journal of Mechanics - A/Solids*, *115*, 105805. https://doi.org/10.1016/j.euromechsol.2025.105805

Alaneme, K. K., Hong, S. M., Sen, I., Fleury, E., & Ramamurty, U. (2010). Effect of copper addition on the fracture and fatigue crack growth behavior of solution heat-treated SUS 304H austenitic steel. *Materials Science and Engineering: A*, *527*(18–19), 4600–4604. https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.04.018

Allain, S., & Bouaziz, O. (2008). Microstructure based modeling for the mechanical behavior of ferrite–pearlite steels suitable to capture isotropic and kinematic hardening. *Materials Science and Engineering: A*, *496*(1–2), 329–336. https://doi.org/10.1016/j.msea.2008.06.009

Allain, S., Chateau, J.-P., Bouaziz, O., Migot, S., & Guelton, N. (2004). Correlations between the calculated stacking fault energy and the plasticity mechanisms in Fe–Mn–C alloys. *Materials Science and Engineering: A*, *387–389*, 158–162. https://doi.org/10.1016/j.msea.2004.01.059

Allain, S. Y. P., Bouaziz, O., Pushkareva, I., & Scott, C. P. (2015). Towards the microstructure design of DP steels: A generic size-sensitive mean-field mechanical model. *Materials Science and Engineering: A*, *637*, 222–234. https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.04.017

Andrews, K. W. (1965). Empirical formulae for the calculation of some transformation temperatures. *J. Iron Steel Inst.*, *0*, 721–727.

Angel, T. (1954). Formation of Martensite in Austenitic Stainless Steels Effects of Deformation, Temperature, and Composition. *J. Iron and Steel Inst.*, *177*, 165–174.

Antonicelli, M., Liuzzo, U., & Palumbo, G. (2023). Evaluation of the Effect of a Natural-Based Emulsion on the Cold Rolling Process. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, *7*(4), 121. https://doi.org/10.3390/jmmp7040121

Archard, J. F. (1953). Contact and Rubbing of Flat Surfaces. *Journal of Applied Physics*, *24*(8), 981–988. https://doi.org/10.1063/1.1721448

Astafurov, S. V., Maier, G. G., Melnikov, E. V., Moskvina, V. A., Panchenko, M. Yu., & Astafurova, E. G. (2019). The strain-rate dependence of the Hall-Petch effect in two austenitic stainless steels with different stacking fault energies. *Materials Science and Engineering: A*, *756*, 365–372. https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.04.076

Bai, J. W., Liu, P. P., Zhu, Y. M., Li, X. M., Chi, C. Y., Yu, H. Y., Xie, X. S., & Zhan, Q. (2013). Coherent precipitation of copper in Super304H austenite steel. *Materials Science and Engineering: A*, *584*, 57–62. https://doi.org/10.1016/j.msea.2013.06.082

Bain, E. C. (1924). The nature of martensite. In *Trans. AIME* (Vol. 70, p. 25). https://cir.nii.ac.jp/crid/1370290617450723207

Beausir, B., & Fundenberger, J.-J. (2017). *Analysis Tools for Electron and X-ray diffraction, ATEX - software* [Université de Lorraine - Metz]. Www.Atex-Software.Eu.

Beese, A. M., & Mohr, D. (2011). Effect of stress triaxiality and Lode angle on the kinetics of strain-induced austenite-to-martensite transformation. *Acta Materialia*, *59*(7), 2589–2600. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2010.12.040

Behrens, B.-A., Brunotte, K., Hübner, S., Wester, H., Müller, F., Müller, P., Wälder, J., & Matthias, T. (2021). Further Development of Wear Calculation and Wear Reduction in Cold Forging Processes. *Journal of Manufacturing and Materials Processing*, *5*(2), 36. https://doi.org/10.3390/jmmp5020036

Bouaziz, O., & Buessler, P. (2002). Mechanical behaviour of multiphase materials: An intermediate mixture law without fitting parameter. *Revue de Métallurgie*, *99*(1), 71–77. https://doi.org/10.1051/metal:2002182

Boucard, É. (2018). *Étude de l'influence de l'état métallurgique de l'austénite sur la microstructure de transformation de phase dans les aciers bas carbone*. Université de lorraine.

Boudedja, A., Hannou, A., Almansba, M., Ferhoum, R., & Habak, M. (2022). *Etude du comportement des aciers à effet TRIP après pliage*.

Bracke, L., Kestens, L., & Penning, J. (2007). Transformation mechanism of α'-martensite in an austenitic Fe–Mn–C–N alloy. *Scripta Materialia*, *57*(5), 385–388. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2007.05.003

Byun, T. S., Hashimoto, N., & Farrell, K. (2004). Temperature dependence of strain hardening and plastic instability behaviors in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, *52*(13), 3889–3899. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.05.003

Calamaz, M., Coupard, D., & Girot, F. (2010). NUMERICAL SIMULATION OF TITANIUM ALLOY DRY MACHINING WITH A STRAIN SOFTENING CONSTITUTIVE LAW. *Machining Science and Technology*, *14*(2), 244–257. https://doi.org/10.1080/10910344.2010.500957

Cao, T.-S., Vachey, C., Montmitonnet, P., & Bouchard, P.-O. (2015). Comparison of reduction ability between multi-stage cold drawing and rolling of stainless steel wire – Experimental and numerical investigations of damage. *Journal of Materials Processing Technology*, *217*, 30–47. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2014.10.020

Chadha, K., Shahriari, D., & Jahazi, M. (2018). An Approach to Develop Hansel–Spittel Constitutive Equation during Ingot Breakdown Operation of Low Alloy Steels. In M. Muruganant, A. Chirazi, &

B. Raj (Eds.), *Frontiers in Materials Processing, Applications, Research and Technology* (pp. 239–246). Springer Singapore. https://doi.org/10.1007/978-981-10-4819-7_20

Chen, X., Du, Y., Du, K., Lian, T., Liu, B., Li, Z., & Zhou, X. (2021). Identification of the Constitutive Model Parameters by Inverse Optimization Method and Characterization of Hot Deformation Behavior for Ultra-Supercritical Rotor Steel. *Materials*, *14*(8), 1958. https://doi.org/10.3390/ma14081958

Cho, H.-J., Kim, S.-H., Cho, Y., & Kim, S.-J. (2022). Effect of copper addition on tensile behavior in Fe-Cr-Ni stable austenitic stainless steel. *Materials Characterization*, *190*, 112052. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2022.112052

Choudhuri, D., & CampBell, A. (2020). Interface dominated deformation mechanisms in two-phase fcc/B2 nanostructures: Nishiyama-Wasserman vs. Kurdjumov-Sachs interfaces. *Computational Materials Science*, *177*, 109577. https://doi.org/10.1016/j.commatsci.2020.109577

Christian, J. W., & Mahajant, S. (1995). DEFORMATION TWINNING. *Progress in Materials Science*, *39*, 1–157.

Cunat, P.-J. (2025). *Aciers inoxydables—Critères de choix et structure*.

Dassault Systèmes. (2017). *Johnson-Cook plasticity* [Concept]. Johnson–Cook Plasticity Model — Abaqus Documentation. https://abaqus-docs.mit.edu/2017/English/SIMACAEMATRefMap/simamat-c-johnsoncook.htm

Dassault Systemes Simulia. (2024). *Analysis User's Manual*. http://62.108.178.35:2080/v6.14/index.html

De Cooman, B. C. (2012). Phase transformations in high manganese twinning-induced plasticity (TWIP) steels. In *Phase Transformations in Steels* (pp. 295–331). Elsevier. https://doi.org/10.1533/9780857096111.2.295

Delong, W. T. (1974). *Ferrite in austenitic stainless steel weld metal*. *53*(7), 273–273.

Denis, S., Sjöström, S., & Simon, A. (1987). Coupled temperature, stress, phase transformation calculation Model Numerical Illustration of the Internal Stresses Evolution during Cooling of a Eutectoid Carbon Steel Cylinder. *Metallurgical Transactions A*, *18*(7), 1203–1212. https://doi.org/10.1007/BF02647190

Desu, R. K., Nitin Krishnamurthy, H., Balu, A., Gupta, A. K., & Singh, S. K. (2016). Mechanical properties of Austenitic Stainless Steel 304L and 316L at elevated temperatures. *Journal of Materials Research and Technology*, *5*(1), 13–20. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2015.04.001

Eichelman, G. H., & Hull, F. C. (1953). The Effect of Composition on the Temperature of Spontaneous Transformation of Austenite to Martensite in 18-8 Type Stainless Steel. *Transactions of the American Society for Metals (Trans. ASM)*, *45*, 77–104.

El-Magd, E., Treppmann, C., & Weisshaupt, H. (1997). Localisation of Deformation and Damage under Adiabatic Compression. *Le Journal de Physique IV*, *07*(C3), C3-511-C3-516. https://doi.org/10.1051/jp4:1997388

Eshelby, J. D. (1957). The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion, and related problems. *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences*, *241*(1226), 376–39. https://doi.org/10.1098/rspa.1957.0133

Eskandari, M., Najafizadeh, A., & Kermanpur, A. (2009). Effect of strain-induced martensite on the formation of nanocrystalline 316L stainless steel after cold rolling and annealing. *Materials Science and Engineering: A*, *519*(1–2), 46–50. https://doi.org/10.1016/j.msea.2009.04.038

Fahr, D. (1971). Stress- and strain-induced formation of martensite and its effects on strength and ductility of metastable austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions*, *2*(7), 1883–1892. https://doi.org/10.1007/BF02913420

Feng, W., Yang, S., & Yan, Y. (2018). Effects of Deformation Mode and Strain Level on Grain Boundary Character Distribution of 304 Austenitic Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *49*(6), 2257–2268. https://doi.org/10.1007/s11661-018-4589-0

Ferreira, P. J., Vander Sande, J. B., Fortes, M. A., & Kyrolainen, A. (2004). Microstructure development during high-velocity deformation. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *35*(10), 3091–3101. https://doi.org/10.1007/s11661-004-0054-3

Finfrock, C. B. (2022). *Temperature and Strain Rate Dependence of the Martensitic Transformation and Mechanical Properties in Advanced High Strength Steels*. Colorado School of Mines.

Furnémont, Q., Delannay, F., & Jacques, P. J. (2003). Experimental investigation of the influence of the stress state on the mechanical stability of austenite in multiphase steels. *Journal de Physique IV (Proceedings)*, *112*, 421–424. https://doi.org/10.1051/jp4:2003915

Furukane S., & Torizuka S. (2019). Effect of Grain Size and Dislocation Density on Strain-Induced Martensitic Transformation in Austenitic Stainless Steels. *Tetsu-to-Hagane*, *105*(8), 827–836. https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.TETSU-2019-004

Ganesan, V., Mathew, M. D., & Sankara Rao, K. B. (2009). Influence of nitrogen on tensile properties of 316LN SS. *Materials Science and Technology*, *25*(5), 614–618. https://doi.org/10.1179/174328408X317066

Gao, P., Li, F., An, K., & Zhao, Z. (2022). Experimental and Modeling Study of Phase-Specific Flow Stress Distribution in Intercritically Annealed Quenching and Partitioning Steels. *Crystals*, *12*(10), 1412. https://doi.org/10.3390/cryst12101412

Gey, N., Petit, B., & Humbert, M. (2005). Electron Backscattered Diffraction Study of / Martensitic Variants Induced by Plastic Deformation in 304 Stainless Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *VOLUME 36A*, 3291–3299.

Gilapa, L. C. M., De Oliveira, C. A. S., & Da Silva, M. R. (2015). Effect of copper on the formation of strain-induced martensite in two austenitic stainless steels AISI 304. *Materials Science and Engineering: A*, *622*, 212–218. https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.10.059

Gladman, T., Hammond, J., & Marsh, F. W. (1974). Austenitic stainless steels for cold forming. *Sheet Metal Industries*, *5*, 219–239.

Goldstein, J. I., Newbury, D. E., Michael, J. R., Ritchie, N. W. M., Scott, J. H. J., & Joy, D. C. (2017). *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*. Springer.

Gonzalez, B. M., Castro, C. S. B., Buono, V. T. L., Vilela, J. M. C., Andrade, M. S., Moraes, J. M. D., & Mantel, M. J. (2003a). The influence of copper addition on the formability of AISI 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, *343*(1–2), 51–56. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00362-3

Gonzalez, B. M., Castro, C. S. B., Buono, V. T. L., Vilela, J. M. C., Andrade, M. S., Moraes, J. M. D., & Mantel, M. J. (2003b). The influence of copper addition on the formability of AISI 304 stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, *343*(1–2), 51–56. https://doi.org/10.1016/S0921-5093(02)00362-3

Greninger, A. B., & Troiano, A. R. (1949). *The MeehanislD of Martensite ForlDation*.

Hamada, A. S., Karjalainen, L. P., Misra, R. D. K., & Talonen, J. (2013). Contribution of deformation mechanisms to strength and ductility in two Cr–Mn grade austenitic stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, *559*, 336–344. https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.08.108

Hamada, A. S., Kisko, A. P., Sahu, P., & Karjalainen, L. P. (2015). Enhancement of mechanical properties of a TRIP-aided austenitic stainless steel by controlled reversion annealing. *Materials Science and Engineering: A*, *628*, 154–159. https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.01.042

Han, T., Li, N., Wu, Y., & Jiang, F. (2022). Microstructural Evolution and Anisotropic Mechanical Properties of 316L Stainless Steel Induced by Tensile Straining. *Journal of Materials Engineering and Performance*, *31*(2), 1231–1240. https://doi.org/10.1007/s11665-021-06253-7

Hansel, A., & Spittel, T. (1978). *Kraft- und Arbeitsbedarf bildsamer Formgebungsverfahren* (: VEB Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie).

Hedayati, A., Najafizadeh, A., Kermanpur, A., & Forouzan, F. (2010). The effect of cold rolling regime on microstructure and mechanical properties of AISI 304L stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, *210*(8), 1017–1022. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2010.02.010

Hirth, J. P., J., L., & T., M. (1983). Theory of Dislocations (2nd ed.). *Journal of Applied Mechanics*, *50*(2), 476–477. https://doi.org/10.1115/1.3167075

Huang, A., Wang, K., Zhao, Y., Wang, W., Wei, X., & Peng, J. (2023). Effect of Copper Addition on the Formability of 304L Austenitic Stainless Steel. *Journal of Materials Engineering and Performance*, *32*(8), 3563–3570. https://doi.org/10.1007/s11665-022-07367-2

Hull, D., & Bacon, D. J. (2001). 2—Observation of Dislocations. In D. Hull & D. J. Bacon (Eds.), *Introduction to Dislocations (Fourth Edition)* (pp. 22–41). Butterworth-Heinemann. https://doi.org/10.1016/B978-075064681-9/50002-X

Humphreys, F. J., & Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (2e édition). Elsevier.

Iwamoto, T. (2002). Computational simulation on deformation behavior of CT specimens of TRIP steel under mode I loading for evaluation of fracture toughness. *International Journal of Plasticity*, *18*(11), 1583–1606. https://doi.org/10.1016/S0749-6419(02)00030-X

Iwamoto, T., Tsuta, T., & Tomita, Y. (1998). Investigation on deformation mode dependence of strain-induced martensitic transformation in trip steels and modelling of transformation kinetics. *International Journal of Mechanical Sciences*, *40*(2–3), 173–182. https://doi.org/10.1016/S0020-7403(97)00047-7

Jacques, P. (2001). On the role of martensitic transformation on damage and cracking resistance in TRIP-assisted multiphase steels. *Acta Materialia*, *49*(1), 139–152. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(00)00215-9

Jain, A., & Varshney, A. (2025). Effect of Grain Size and Dislocation Density on the Work Hardening Behavior of SS 304. *Journal of Materials Engineering and Performance*, *34*(4), 3008–3025. https://doi.org/10.1007/s11665-024-09358-x

Järvenpää, A., Jaskari, M., Keskitalo, M., Mäntyjärvi, K., & Karjalainen, P. (2019). Microstructure and mechanical properties of laser-welded high-strength AISI 301LN steel in reversion-treated and temper-rolled conditions. *Procedia Manufacturing*, *36*, 216–223. https://doi.org/10.1016/j.promfg.2019.08.028

Järvenpää, A., Jaskari, M., Man, J., & Karjalainen, L. P. (2017). Austenite stability in reversion-treated structures of a 301LN steel under tensile loading. *Materials Characterization*, *127*, 12–26. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2017.01.040

Jia, B., Rusinek, A., Pesci, R., Bernier, R., Bahi, S., Bendarma, A., & Wood, P. (2021). Simple shear behavior and constitutive modeling of 304 stainless steel over a wide range of strain rates and temperatures. *International Journal of Impact Engineering*, *154*, 103896. https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2021.103896

Jia, N., Roters, F., Eisenlohr, P., Kords, C., & Raabe, D. (2012). Non-crystallographic shear banding in crystal plasticity FEM simulations: Example of texture evolution in α-brass. *Acta Materialia*, *60*(3), 1099–1115. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.10.047

Jiang, W., & Zhao, K. (2023). Effect of Cu on the Formation of Reversed Austenite in Super Martensitic Stainless Steel. *Materials*, *16*(3), 1302. https://doi.org/10.3390/ma16031302

Johnson, G. R., & Cook, W. H. (1983). A CONSTITUTIVE MODEL AND DATA FOR METALS SUBJECTED TO LARGE STRAINS, HIGH STRAIN RATES AND HIGH TEMPERATURES. *Proceedings 7th International Symposium on Ballistics*, 541–547.

Kakeshita, T., & Shimizu, K. (1997). Effects of Hydrostatic Pressure on Martensitic Transformations. *Materials Transactions, JIM*, *38*(8), 668–681. https://doi.org/10.2320/matertrans1989.38.668

Kang, J.-H., Noh, H.-S., Kim, K.-M., Lee, S. C., & Kim, S.-J. (2017). Modified Ni equivalent for evaluating hydrogen susceptibility of Cr-Ni based austenitic stainless steels. *Journal of Alloys and Compounds*, *696*, 869–874. https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2016.12.061

Karkalos, N. E., & Markopoulos, A. P. (2018). Determination of Johnson-Cook material model parameters by an optimization approach using the fireworks algorithm. *Procedia Manufacturing*, *22*, 107–113. https://doi.org/10.1016/j.promfg.2018.03.017

Kawaragi, Y., Okamura, K., & Fukumoto, M. (2018). *Effect of Implicit Integration Scheme on Residual Stress Analysis of Quenching Considering Transformation Plasticity and Kinematic Hardening*. *120*.

Kelly, P. M. (1965). The martensite transformation in steels with low stacking fault energy. *Acta Metallurgica*, *13*(6), 635–646. https://doi.org/10.1016/0001-6160(65)90126-4

Khan, O. U., Jamal, A., Arshed, G. M., Arif, A. F. M., & Zubair, S. M. (2004). THERMAL ANALYSIS OF A COLD ROLLING PROCESS — A NUMERICAL APPROACH. *Numerical Heat Transfer, Part A: Applications*, *46*(6), 613–632. https://doi.org/10.1080/10407780490487803

Kheiri, S., Mirzadeh, H., & Naghizadeh, M. (2019). Tailoring the microstructure and mechanical properties of AISI 316L austenitic stainless steel via cold rolling and reversion annealing. *Materials Science and Engineering: A*, *759*, 90–96. https://doi.org/10.1016/j.msea.2019.05.028

Kim, N.-H. (2015). *Introduction to Nonlinear Finite Element Analysis*. Springer US. https://doi.org/10.1007/978-1-4419-1746-1

Kim, S.-J., Gil Lee, C., Lee, T.-H., & Oh, C.-S. (2003). Effect of Cu, Cr and Ni on mechanical properties of 0.15 wt.% C TRIP-aided cold rolled steels. *Scripta Materialia*, *48*(5), 539–544. https://doi.org/10.1016/S1359-6462(02)00477-3

Kobayashi, J., Ina, D., Yoshikawa, N., & Sugimoto, K. (2012). Effects of the Addition of Cr, Mo and Ni on the Microstructure and Retained Austenite Characteristics of 0.2% C^|^ndash;Si^|^ndash;Mn^|^ndash;Nb Ultrahigh-strength TRIP-aided Bainitic Ferrite Steels. *ISIJ International*, *52*(10), 1894–1901. https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.1894

Kostorz, G. (Ed.). (2001). *Phase transformations in materials* (New ed.). Wiley-VCH.

Kotecki, D. J., & Siewert, T. A. (1992). WRC-1992 Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Metals: A Modification of the WRC-1988 Diagram. *Welding Journal*, *71*(5), 171S-178S.

Kurdjumow, V. G., & Sachs, G. (1930). Uber den Mechanismus der Stahlhärtung. *Zeitschrift für Physik*, *64*, 325–343.

Lacombe, P., Baroux, B., & Béranger, G. (1990). *Les aciers inoxydables* (Les Editions de Physique). EDP Sciences.

Langi, V., Pun, L., Ruiz, A. R., Isakov, M., & Hokka, M. (2025). Effects of strain rate on martensitic phase transformation in TRIP assisted multiphase steels studied in-situ with X-ray diffraction. *Materials Science and Engineering: A*, *923*, 147724. https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.147724

Lebedev, A. A., & Kosarchuk, V. V. (2000). Influence of phase transformations on the mechanical properties of austenitic stainless steels. *International Journal of Plasticity*, *16*, 749–767. https://doi.org/10.1016/s0749-6419(99)00085-6

Lecroisey, F., & Pineau, A. (1972). Martensitic transformations induced by plastic deformation in the Fe-Ni-Cr-C system. *Metallurgical Transactions*, *3*(2), 391–400. https://doi.org/10.1007/BF02642042

Li, B., Zhang, S., Wang, S., Wang, L., He, Y., Cui, Y., Liu, D., & Wang, M. (2023). Effects of Mo Particles Addition on the Microstructure and Properties of 316 L Stainless Steels Fabricated by Laser Powder Bed Fusion. *Materials*, *16*(13), 4827. https://doi.org/10.3390/ma16134827

Li, X., Wei, Y., Wei, Z., & Zhou, J. (2019). Effect of Cold Rolling on Microstructure and Mechanical Properties of AISI 304N Stainless Steel. *IOP Conference Series: Earth and Environmental Science*, *252*, 022027. https://doi.org/10.1088/1755-1315/252/2/022027

Liu, J., Dong, L., Li, C., Fang, J., Chen, Y., & Cui, J. (2024). Quasi-static and dynamic tensile behaviour of 316L stainless steels: Rolled versus laser-powder bed fusion (LPBF) fabricated samples. *International Journal of Impact Engineering*, *190*, 104972. https://doi.org/10.1016/j.ijimpeng.2024.104972

Livitsanos, C. P., & Thomson, P. F. (1977). The effect of temperature and deformation rate on transformation-dependent ductility of a metastable austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering*, *30*(2), 93–98. https://doi.org/10.1016/0025-5416(77)90216-6

Lu, J., Hultman, L., Holmström, E., Antonsson, K. H., Grehk, M., Li, W., Vitos, L., & Golpayegani, A. (2016). Stacking fault energies in austenitic stainless steels. *Acta Materialia*, *111*, 39–46. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.03.042

Lutterotti, L., Matthies, S., & Wenk, H. (1999). *MAUD: A friendly Java program for material analysis using diffraction*. https://iris.unitn.it/handle/11572/38076

Mafra Monfredo Ferreira, V. H., Coury, F. G., De Araujo Santana, D., & Koga, G. Y. (2024). Novel high nitrogen austenitic stainless steels: From high-throughput screening to experimental validation

and properties relationship. *Journal of Materials Research and Technology*, *30*, 640–656. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2024.03.090

Mahajan, S., & Chin, G. Y. (1973). Formation of deformation twins in f.c.c. Crystals. *Acta Metallurgica*, *21*(10), 1353–1363. https://doi.org/10.1016/0001-6160(73)90085-0

Maki, T., Tamura, I., & Tomata, Y. (1974). Effect of grain size on the transformation-induced plasticity in metastable austenitic Fe-Ni-C alloy. *Journal of the Japan Institute of Metals*, *38*, 871–876.

Man, J., Kuběna, I., Smaga, M., Man, O., Järvenpää, A., Weidner, A., Chlup, Z., & Polák, J. (2016). Microstructural changes during deformation of AISI 300 grade austenitic stainless steels: Impact of chemical heterogeneity. *Procedia Structural Integrity*, *2*, 2299–2306. https://doi.org/10.1016/j.prostr.2016.06.288

Mao, B., Chu, S., & Wang, S. (2020). Effect of Grain Size on the Friction-Induced Martensitic Transformation and Tribological Properties of 304 Austenite Stainless Steel. *Metals*, *10*(9), 1246. https://doi.org/10.3390/met10091246

Marshall, P. (1984). *Austenitic Stainless Steels: Microstructure and Mechanical Properties* (1984th edition). Springer.

Massé, T., Chastel, Y., Montmitonnet, P., Bobadilla, C., Persem, N., & Foissey, S. (2012). Mechanical and damage analysis along a flat-rolled wire cold forming schedule. *International Journal of Material Forming*, *5*(2), 129–146. https://doi.org/10.1007/s12289-011-1032-0

Matsuoka, Y., Iwasaki, T., Nakada, N., Tsuchiyama, T., & Takaki, S. (2013). Effect of Grain Size on Thermal and Mechanical Stability of Austenite in Metastable Austenitic Stainless Steel. *ISIJ International*, *53*(7), 1224–1230. https://doi.org/10.2355/isijinternational.53.1224

Meyers, M. A., & Chawla, K. K. (2009). *Mechanical Behavior of Materials* (Cambridge University Press).

Meyers, M. A., Vöhringer, O., & Lubarda, V. A. (2001). The onset of twinning in metals: A constitutive description. *Acta Materialia*, *49*(19), 4025–4039. https://doi.org/10.1016/S1359-6454(01)00300-7

Milad, M., Zreiba, N., Elhalouani, F., & Baradai, C. (2008). The effect of cold work on structure and properties of AISI 304 stainless steel. *Journal of Materials Processing Technology*, *203*(1–3), 80–85. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2007.09.080

Miller, M. P., & McDowell, D. L. (1996). Modeling large strain multiaxial effects in FCC polycrystals. *International Journal of Plasticity*, *12*(7), 875–902. https://doi.org/10.1016/S0749-6419(96)00032-0

Ming, L. (2023). *A numerical platform for the identification of dynamic non-linear constitutive laws using multiple impact tests: Application to metal forming and machining*.

Ming, L., & Pantalé, O. (2018a). An efficient and robust VUMAT implementation of elastoplastic constitutive laws in Abaqus/Explicit finite element code. *Mechanics & Industry*, *19*(3), 308. https://doi.org/10.1051/meca/2018021

Ming, L., & Pantalé, O. (2018b). An efficient and robust VUMAT implementation of elastoplastic constitutive laws in Abaqus/Explicit finite element code. *Mechanics & Industry*, *19*(3), 308. https://doi.org/10.1051/meca/2018021

Monkman, F. C., Cuff, F. B., & Grant, N. J. (1957). Computation of Ms for Stainless Steels. *Metal Progress*, *6*, 71–94.

Montmitonnet, P. (2016). Laminage—Objectifs et enjeux de la modélisation. *Mise en forme des métaux et fonderie*, *M3065 v2*. https://doi.org/10.51257/a-v2-m3065

Mori, T., & Tanaka, K. (1973). Average stress in matrix and average elastic energy of materials with misfitting inclusions. *Acta Metallurgica*, *21*(5), 571–574. https://doi.org/10.1016/0001-6160(73)90064-3

Moyer, J. M., & Ansell, G. S. (1975). The volume expansion accompanying the martensite transformation in iron-carbon alloys. *Metallurgical Transactions A*, *6*(9), 1785–1791. https://doi.org/10.1007/BF02642308

Murr, L. E., Staudhammer, K. P., & Hecker, S. S. (1982). Effects of Strain State and Strain Rate on Deformation-Induced Transformation in 304 Stainless Steel: Part II. Microstructural Study. *Metallurgical Transactions A*, *13*(4), 627–635. https://doi.org/10.1007/BF02644428

Murugesan, M., & Jung, D. (2019). Johnson Cook Material and Failure Model Parameters Estimation of AISI-1045 Medium Carbon Steel for Metal Forming Applications. *Materials*, *12*(4), 609. https://doi.org/10.3390/ma12040609

Murugesan, S., Kuppusami, P., Mohandas, E., & Vijayalakshmi, M. (2012). X-ray diffraction Rietveld analysis of cold worked austenitic stainless steel. *Materials Letters*, *67*(1), 173–176. https://doi.org/10.1016/j.matlet.2011.09.065

Nishiyama, Z. (1934). X-ray investigation of the mechanism of the transformation from face centered cubic lattice to body centered cubic. *Sci. Rep. Tohoku Univ*, *23*, 637.

Noh, H.-S., Kang, J.-H., Kim, K.-M., & Kim, S.-J. (2019a). Different Effects of Ni and Mn on Thermodynamic and Mechanical Stabilities in Cr-Ni-Mn Austenitic Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *50*(2), 616–624. https://doi.org/10.1007/s11661-018-5042-0

Noh, H.-S., Kang, J.-H., Kim, K.-M., & Kim, S.-J. (2019b). The effects of replacing Ni with Mn on hydrogen embrittlement in Cr-Ni-Mn-N austenitic steels. *Corrosion Science*, *152*, 93–100. https://doi.org/10.1016/j.corsci.2019.03.012

Nohara, K., Ono, Y., & Ohashi, N. (1976). Strain induced martensitic transformation in metastable austenitic stainless steel in multi stage tensile deformation at various temperatures. *Proceedings of the First JIM International Symposium on "New Aspects of Martensitic Transformation,"* 315–320.

Novelli, M., Levesque, M., Montesin, T., Gagnon, G., Grosdidier, T., Bocher, P., & Allain, N. (2017). *Étude des microstructures de déformation induites par grenaillage ultrasonique en conditions cryogéniques d'aciers inoxydables austénitiques: Effet sur les propriétés en fatigue*.

Ojal, N., Cherukuri, H. P., Schmitz, T. L., Devlugt, K. T., & Jaycox, A. W. (2022). A combined experimental and numerical approach that eliminates the non-uniqueness associated with the Johnson-Cook

parameters obtained using inverse methods. *The International Journal of Advanced Manufacturing Technology*, *120*(3–4), 2373–2384. https://doi.org/10.1007/s00170-021-08640-9

Olson, G. B., & Cohen, M. (1972). A mechanism for the strain-induced nucleation of martensitic transformations. *Journal of the Less-Common Metals*, *28*, 10–118.

Olson, G. B., & Cohen, M. (1975). Kinetics of strain-induced martensitic nucleation. *Metallurgical Transactions A*, *6*(4), 791–795. https://doi.org/10.1007/BF02672301

Orowan, E. (1934). Zur Kristallplastizität. III. Über den Mechanismus des Gleitvorganges. *Zeitschrift Für Physik*, *89*(9), 634–659. https://doi.org/10.1007/BF01341462

Ou, P., Xing, H., Wang, X., Sun, J., Cui, Z., & Yang, C. (2015). Coarsening and Hardening Behaviors of Cu-Rich Precipitates in Super304H Austenitic Steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *46*(9), 3909–3916. https://doi.org/10.1007/s11661-015-3004-3

Padilha, A. F., Plaut, R. L., & Rios, P. R. (2003). Annealing of Cold-worked Austenitic Stainless Steels. *ISIJ International*, *43*(2), 135–143. https://doi.org/10.2355/isijinternational.43.135

Parnian, P., Parsa, M. H., Mirzadeh, H., & Jafarian, H. R. (2017). Effect of Drawing Strain on Development of Martensitic Transformation and Mechanical Properties in AISI 304L Stainless Steel Wire. *Steel Research International*, *88*(8), 1600423. https://doi.org/10.1002/srin.201600423

Pickering, F. B. (1978). *Physical Metallurgy and the Design of Steels*. Applied Science Publishers.

Polatidis, E., Haidemenopoulos, G. N., Krizan, D., Aravas, N., Panzner, T., Šmíd, M., Papadioti, I., Casati, N., Van Petegem, S., & Van Swygenhoven, H. (2021). The effect of stress triaxiality on the phase transformation in transformation induced plasticity steels: Experimental investigation and modelling the transformation kinetics. *Materials Science and Engineering: A*, *800*, 140321. https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140321

Polatidis, E., Hsu, W.-N., Šmíd, M., Panzner, T., Chakrabarty, S., Pant, P., & Van Swygenhoven, H. (2018). Suppressed martensitic transformation under biaxial loading in low stacking fault energy metastable austenitic steels. *Scripta Materialia*, *147*, 27–32. https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2017.12.026

Prodotti Lunghi In Acciaio Inossidabile | Cogne Acciai Speciali | Aosta. (n.d.). Retrieved October 12, 2025, from https://www.cogne.com/en

Pryce, L., & Andrews, K. S. (1960). Practical estimation of composition balance and ferrite content in stainless steels. *J Iron Steel Inst*, *195*(4), 415–417.

Pun, L., Soares, G. C., Isakov, M., & Hokka, M. (2022). Effects of strain rate on strain-induced martensite nucleation and growth in 301LN metastable austenitic steel. *Materials Science and Engineering: A*, *831*, 142218. https://doi.org/10.1016/j.msea.2021.142218

Qin, Z., & Xia, Y. (2020a). Role of strain-induced martensitic phase transformation in mechanical response of 304L steel at different strain-rates and temperatures. *Journal of Materials Processing Technology*, *280*, 116613. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116613

Qin, Z., & Xia, Y. (2020b). Role of strain-induced martensitic phase transformation in mechanical response of 304L steel at different strain-rates and temperatures. *Journal of Materials Processing Technology*, *280*, 116613. https://doi.org/10.1016/j.jmatprotec.2020.116613

Ranganathan, S. (1966). On the geometry of coincidence-site lattices. *Acta Crystallographica*, *21*(2), 197–199. https://doi.org/10.1107/S0365110X66002615

Ray, S. (2016). *Principles and Applications of Metal Rolling*. Cambridge University Press. https://doi.org/10.1017/CBO9781139879293

Rietveld, H. M. (1969). A profile refinement method for nuclear and magnetic structures. *Journal of Applied Crystallography*, *2*(2), 65–71. https://doi.org/10.1107/S0021889869006558

Rizoulieres, B. (2000). *Couches de transfert et tribologie du laminage à froid des aciers inoxydables* [Thesis, ENSMP]. https://theses.fr/2000ENMP0985

Rollett, A. D. (2014). *Grain Boundary Engineering & Coincident Site Lattice (CSL) Theory*. Cours Carnegy Mellon.

Sabooni, S., Karimzadeh, F., Enayati, M. H., & Ngan, A. H. W. (2015). The role of martensitic transformation on bimodal grain structure in ultrafine grained AISI 304L stainless steel.

Materials Science and Engineering: A, *636*, 221–230. https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.03.101

Sadeghpour, S., Kermanpur, A., & Najafizadeh, A. (2014). Investigation of the effect of grain size on the strain-induced martensitic transformation in a high-Mn stainless steel using nanoindentation. *Materials Science and Engineering: A*, *612*, 214–216. https://doi.org/10.1016/j.msea.2014.06.055

Sahoo, S. K., Toth, L. S., & Biswas, S. (2019). An analytical model to predict strain-hardening behaviour and twin volume fraction in a profoundly twinning magnesium alloy. *International Journal of Plasticity*, *119*, 273–290. https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2019.04.007

Samuel, K. G., Mannan, S. L., & Radhakrishnan, V. M. (1991). Strength and ductility dependence after prior deformation of a type 316 austenitic stainless steel. *International Journal of Pressure Vessels and Piping*, *48*(2), 125–128. https://doi.org/10.1016/0308-0161(91)90018-W

Sassoulas, H. (2016). *Traitements thermiques des aciers inoxydables*.

Schaeffler, A. L. (1949). Data Sheet 680-B: Constitution Diagram for Stainless Steel Weld Meta. *Metal Progress*, *56*, 680–688.

Scheil, E. (1932). Über die Umwandlung des Austenits in Martensit in Eisen-Nickellegierungen unter Belastung. *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*, *207*(1), 21–40. https://doi.org/10.1002/zaac.19322070103

Schramm, R. E., & Reed, R. P. (1975). Stacking fault energies of seven commercial austenitic stainless steels. *Metallurgical Transactions A*, *6*(7), 1345–1351. https://doi.org/10.1007/BF02641927

Sen, I., Amankwah, E., Kumar, N. S., Fleury, E., Oh-ishi, K., Hono, K., & Ramamurty, U. (2011). Microstructure and mechanical properties of annealed SUS 304H austenitic stainless steel with copper. *Materials Science and Engineering: A*, *528*(13–14), 4491–4499. https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.02.019

Serri, J. (2007). *Caractérisation expérimentale et modélisation du comportement plastique d'aciers à transformation martensitique: Applications à la mise en forme*. Université de lorraine.

Serri, J., & Cherkaoui, M. (2008). Constitutive Modeling and Finite Element Analysis of the Formability of TRIP Steels. *Journal of Engineering Materials and Technology*, *130*(3), 031009. https://doi.org/10.1115/1.2931146

Shen, Y. F., Li, X. X., Sun, X., Wang, Y. D., & Zuo, L. (2012). Twinning and martensite in a 304 austenitic stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, *552*, 514–522. https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.05.080

Shrinivas, V., Varma, S. K., & Murr, L. E. (1995). Deformation-induced martensitic characteristics in 304 and 316 stainless steels during room-temperature rolling. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *26*(3), 661–671. https://doi.org/10.1007/BF02663916

Sierra, R., & Nemes, J. A. (2008). Investigation of the mechanical behaviour of multi-phase TRIP steels using finite element methods. *International Journal of Mechanical Sciences*, *50*(4), 649–665. https://doi.org/10.1016/j.ijmecsci.2008.01.005

Sjöberg, I. J. (1973). Influence of analysis on properties of stainless spring steel. *Wire*, *8*, 23–155.

Sohrabi, M. J., Naghizadeh, M., & Mirzadeh, H. (2020). Deformation-induced martensite in austenitic stainless steels: A review. *Archives of Civil and Mechanical Engineering*, *20*(4), 124. https://doi.org/10.1007/s43452-020-00130-1

Spencer, K. (2005). The work hardening of austenitic stainless steel, applied to the fabrication of high-strength conductors. In *Ph.D. Thesis*. https://ui.adsabs.harvard.edu/abs/2005PhDT.....165S

Spencer, K., Embury, J. D., Conlon, K. T., Véron, M., & Bréchet, Y. (2004). Strengthening via the formation of strain-induced martensite in stainless steels. *Materials Science and Engineering: A*, *387–389*, 873–881. https://doi.org/10.1016/j.msea.2003.11.084

Staudhammer, K. P., Frantz, C. E., Hecker, S. S., & Murr, L. E. (1981). Effects of Strain Rate on Deformation-Induced Martensite in 304 Stainless Steel. In M. A. Meyers & L. E. Murr (Eds.), *Shock Waves and High-Strain-Rate Phenomena in Metals: Concepts and Applications* (pp. 91–112). Springer US. https://doi.org/10.1007/978-1-4613-3219-0_7

Stevens, R. H., & Haynes, D. H. (1956). The calculation of the Ms temperature in low alloy steels. *Journal of the Iron and Steel Institute*, *184*, 27–36.

Stringfellow, R. G., Parks, D. M., & Olson, G. B. (1992). A constitutive model for transformation plasticity accompanying strain-induced martensitic transformations in metastable austenitic steels. *Acta Metallurgica et Materialia*, *40*(7), 1703–1716. https://doi.org/10.1016/0956-7151(92)90114-T

Sun, G., Du, L., Hu, J., & Zhang, B. (2020). Significant influence of rolling modes on martensitic transformation, microstructural evolution and texture development in a 304 stainless steel. *Materials Characterization*, *159*, 110073. https://doi.org/10.1016/j.matchar.2019.110073

Suzuki, S., Hotta, K., Kwon, E. P., Fujieda, S., Shinoda, K., Kumagai, M., Kajiwara, K., Sato, M., & Sato, S. (2015). Characterization of Evolution of Microscopic Stress and Strain in High-Manganese Twinning-Induced Plasticity Steel. *ISIJ International*, *55*(10), 2158–2165. https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2014-378

Talonen, J. (2007). *EFFECT OF STRAIN-INDUCED α'-MARTENSITE TRANSFORMATION ON MECHANICAL PROPERTIES OF METASTABLE AUSTENITIC STAINLESS STEELS*. Helsinki University of Technology, Laboratory of Engineering Materials.

Talonen, J., Aspegren, P., & Hänninen, H. (2004). Comparison of different methods for measuring strain induced α-martensite content in austenitic steels. *Materials Science and Technology*, *20*(12), 1506–1512. https://doi.org/10.1179/026708304X4367

Talonen, J., Nenonen, P., Pape, G., & Hänninen, H. (2005). Effect of Strain Rate on the Strain-Induced - Martensite Transformation and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steels. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *36A*, 421–432.

Tanaka, K. (2019). The cos*α* method for X-ray residual stress measurement using two-dimensional detector. *Mechanical Engineering Reviews*, *6*(1), 18-00378-18–00378. https://doi.org/10.1299/mer.18-00378

Tedmon, C. S., Vermilyea, D. A., & Rosolowski, J. H. (1971). *Intergranular Corrosion of Austenitic Stainless Steel*. *118*. https://doi.org/0.1149/1.2407966

Tomita, Y., & Iwamoto, T. (1995). Constitutive modeling of trip steel and its application to the improvement of mechanical properties. *International Journal of Mechanical Sciences*, *37*(12), 1295–1305. https://doi.org/10.1016/0020-7403(95)00039-Z

Varma, S. K., Kalyanam, J., Murk, L. E., & Srinivas, V. (1994). Effect of grain size on deformation-induced martensite formation in 304 and 316 stainless steels during room temperature tensile testing. *Journal of Materials Science Letters*, *13*(2), 107–111. https://doi.org/10.1007/BF00416816

Vazquez-Fernandez, N. I., Soares, G. C., Smith, J. L., Seidt, J. D., Isakov, M., Gilat, A., Kuokkala, V. T., & Hokka, M. (2019). Adiabatic Heating of Austenitic Stainless Steels at Different Strain Rates. *Journal of Dynamic Behavior of Materials*, *5*(3), 221–229. https://doi.org/10.1007/s40870-019-00204-z

Venables, J. A. (1962). The martensite transformation in stainless steel. *The Philosophical Magazine: A Journal of Theoretical Experimental and Applied Physics*, *7*(73), 35–44. https://doi.org/10.1080/14786436208201856

Wang, J., & Van Der Zwaag, S. (2001). Stabilization mechanisms of retained austenite in transformation-induced plasticity steel. *Metallurgical and Materials Transactions A*, *32*(6), 1527–1539. https://doi.org/10.1007/s11661-001-0240-5

Wang, Y., Hou, Q., Li, X., Li, Z., Wu, F., Chen, S., Lv, C., He, Q., Ye, X., Yu, Y., & Hu, J. (2024). Strain rate-dependent tensile response and deformation mechanism of laser powder bed fusion 316L stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, *893*, 146124. https://doi.org/10.1016/j.msea.2024.146124

Wassermann, G. (1935). *Ueber den Mechanismus der [alpha]-[gamma]-Umwandlung des Eisens* (Verlag Stahleisen).

Wessman, S. (2013). Evaluation of the WRC 1992 diagram using computational thermodynamics: Weldability of stainless steels and nickel-base alloys IX-H-755-12. *Welding in the World*. https://doi.org/10.1007/s40194-013-0025-7

Xu, D., Wan, X., Yu, J., Xu, G., & Li, G. (2018). Effect of Cold Deformation on Microstructures and Mechanical Properties of Austenitic Stainless Steel. *Metals*, *8*(7), 522. https://doi.org/10.3390/met8070522

Yang, X.-S., Sun, S., & Zhang, T.-Y. (2015). The mechanism of bcc α′ nucleation in single hcp ε laths in the fcc γ → hcp ε → bcc α′ martensitic phase transformation. *Acta Materialia*, *95*, 264–273. https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.05.034

Zou, Z., He, L., Zhou, T., Zhang, W., Tian, P., & Zhou, X. (2023). Research on inverse identification of johnson-cook constitutive parameters for turning 304 stainless steel based on coupling simulation. *Journal of Materials Research and Technology*, *23*, 2244–2262. https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2023.01.090

ANNEXES

ANNEXE A : Méthode expérimentale

ANNEXE A-1 : Fiches matières des nuances étudiés

I. Fiche matière de 304L

COGNE ACCIAI SPECIALI S.p.a.

ITALY - 11100 AOSTA - VIA PARAVERA, 16
TEL +39.0165.3021 - FAX +39.0165.302296
CAP. SOC. 250.000.000 EUR INT. VERS.
C.F. 02167360967
VAT: IT00571320076 - R.E.A. n. AO-50474

Entreprise avec les systèmes de gestion certifiés selon ISO 9001, IATF 16949, EN 9100, ISO 14001 et ISO 45001

CERTIFICAT DE RECEPTION 3.1 (EN 10204:2004)
NUMERO DE DOCUMENT 2023017983
PAGE 1/1

CLIENT: TREFILERIES DES VOSGES S.A.S.
N. DE LA COMMANDE DU CLIENT: CF025052
USINE PRODUCTRICE: AOSTA, VIA PARAVERA 16 - ITALIA
AUTEUR DU DOCUMENT: SERVICE QUALITE
NUMERO DE LA COMMANDE DE L'USINE: 0025301277 / 000010
SIGLE DU PRODUCTEUR: COGNE
AVIS D'EXPEDITION: 0081546619 / 000010 MASSE: 20416 KG / 45017 LB

SPECIFICATION INTERNE: TDV-304L2-REV1
PRODUIT: LAM Laminé a chaud FIL MACHINE TOLLERANCE: + 0,200 - 0,200 (+ 0,00788 - 0,00788 in)
FINITION SUPERFICIELLE:
ETAT DE LIVRAISON: SL HYPERTREMPE EN LIGNE
DIMENSIONS DU PRODUIT (MM): 5,500 (0,217 in)
NUANCE: 1.4301 NUANCE INTERNE: 304BT
IDENTIFICATION N. DE COULEE: 372626 IDENTIFICATION N. DE LOT: 009470
MARQUAGE DU PRODUIT: 1.4301

ELABORATION AU FOUR ELECTRIQUE + AOD + COULEE CONTINUE

ANALYSE CHIMIQUE DE COULEE SELON ASTM A751 - EN ISO 14284
Lot de control - Poids:020000963797 - 78.430 KG - 172.906 LB

ELEMENT	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Ni
UNITE DE MESURE	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w
OBTENU	0,021	0,29	1,16	0,034	0,0005	0,050	18,20	8,18

ESSAI DE TRACTION AU ETAT DE FOURNITURE
Lot de control - Poids:020000963986 - 25.839 KG - 56.964 LB
SPECIFICATION EN-ISO6892-1 ORIENTATION DE L'EPROUVETTE: L

UNITE DE MESURE	Rm MPA	Rp02% MPA	A % 5.0 D	Z %
OBTENU	589	223	63,4	80,3

DIMENSION DU GRAIN
Lot de control - Poids:020000963986 - 25.839 KG - 56.964 LB
SPECIFICATION ASTME112 --
OBTENU 4,5

CONFORME
le 03/05/2023.
N. LAMOIZE

NORMES DE REFERENCE POUR COMPOSITION CHIMIQUE ET PROPRIETES MECANIQUES: ASTM A555 ET ASTM A580
PROFONDEUR DES DÉFAUTS SUPERFICIELS DANS LES LIMITES FIXÉES PAR LA EN 10263-5
CONTROLE SPECTROTEST ANTIMELANGE CONFORME
LES PRODUITS SONT CONFORMES AUX DIRECTIVES: 2015/863/EU (ROHS3) - 2011/65/EU (ROHS2) - 2000/53/EU - 2002/95/EU(RoHS) - 2003/11/EU - 2005/618/EU.
MATERIEL PRODUIT DANS UN SYSTEME D'ASSURANCE QUALITE CERTIFIE'PAR KIWA CERMET EN ACCORD AVEC UNI EN ISO 9001:2015 ET IATF 16949:2016 (POUR CETTE DERNIERE SEULEMENT POUR FIL MACHINE ET BARRES EN ACIER LAMINE'-ECROUTE'-RECTIFIE'),DECRIT DANS UN MANUEL GDQ ED.18 REV.3 DU 08/10/2020.
Coulée Co 3792 - 304L/2 - ϕ 5,50 mm - 20 416 kg le 03/05/2023 LFo 30378.

DATE 17.04.2023 MORABITO ROSA CF(CERTIFICATEUR) - CERTIFICAT CREE ELECTRONIQUEMENT -Cogne

Figure A-1-1 : Fiche matière du 304L

II. Fiche matière du 316L

COGNE ACCIAI SPECIALI S.p.a.
ITALY - 11100 AOSTA - VIA PARAVERA, 16
TEL +39.0165.3021 - FAX +39.0165.302296
CAP. SOC. 250.000.000 EUR INT. VERS.
C.F. 02187360967
VAT: IT00571320078 - R.E.A. n. AO-60474

Entreprise avec les systèmes de gestion certifiés selon ISO 9001, IATF 16949, EN 9100, ISO 14001 et ISO 45001

CERTIFICAT DE RECEPTION 3.1 (EN 10204:2004)
NUMERO DE DOCUMENT 2022041812
PAGE 1/1

CLIENT: TREFILERIES DES VOSGES S.A.S.
N. DE LA COMMANDE DU CLIENT: CF023667
USINE PRODUCTRICE: AOSTA, VIA PARAVERA 16 - ITALIA
AUTEUR DU DOCUMENT: SERVICE QUALITE
NUMERO DE LA COMMANDE DE L'USINE: 0000012186 / 000010
SIGLE DU PRODUCTEUR: COGNE
AVIS D'EXPEDITION: 0081508981 / 000010 MASSE: 20113 KG / 44349 LB

SPECIFICATION INTERNE: TDV316L4
PRODUIT: LAM Laminé a chaud FIL MACHINE TOLLERANCE: + 0,200 - 0,200 (+ 0,00788 - 0,00788 in)
FINITION SUPERFICIELLE:
ETAT DE LIVRAISON: SL HYPERTREMPE EN LIGNE
DIMENSIONS DU PRODUIT (MM): 5,500 (0,217 in)
NUANCE: 1.4404 NUANCE INTERNE: 316L 4
IDENTIFICATION N. DE COULEE: 273661 IDENTIFICATION N. DE LOT: 771940
MARQUAGE DU PRODUIT:

ELABORATION AU FOUR ELECTRIQUE + AOD + COULEE CONTINUE

ANALYSE CHIMIQUE DE COULEE SELON ASTM A751 - EN ISO 14284
Lot de control - Poids:020000932399 - 88.178 KG - 194.396 LB

ELEMENT	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Mo	Ni	Nb
OBTENU	0,018	0,37	1,93	0,027	0,0006	0,072	17,12	2,06	10,21	0,029

ELEMENT	Cu
OBTENU	0,42

ESSAI DE TRACTION AU ETAT DE FOURNITURE
Lot de control - Poids:020000937219 - 25.692 KG - 56.640 LB
SPECIFICATION EN-ISO6892-1 ORIENTATION DE L'EPROUVETTE: L

CONFORME
N. CHOFFE
le 06 10 2022.

UNITE DE MESURE	Rm MPA	Rp02% MPA	A %
			5.0 D
OBTENU	612	267	58,7

DIMENSION DU GRAIN
Lot de control - Poids:020000937219 - 25.692 KG - 56.640 LB
SPECIFICATION ASTME112 --
OBTENU 6,5

AUCUNE REPARATION DE SOUDURE EXECUTEE.
PROFONDEUR DES DÉFAUTS SUPERFICIELS DANS LES LIMITES FIXÉES PAR LA EN 10263-5
XXXX
CONTROLE SPECTROTEST ANTIMELANGE CONFORME
LES PRODUITS SONT CONFORMES AUX DIRECTIVES: 2015/863/EU (ROHS3) - 2011/65/EU (ROHS2) - 2000/53/EU - 2002/95/EU(RoHS) - 2003/11/EU - 2005/618/EU.
MATERIEL PRODUIT DANS UN SYSTEME D'ASSURANCE QUALITE CERTIFIE'PAR KIWA CERMET EN ACCORD AVEC UNI EN ISO 9001:2015 ET IATF 16949:2016 (POUR CETTE DERNIERE SEULEMENT POUR FIL MACHINE ET BARRES EN ACIER LAMINE'-ECROUTE'-RECTIFIE'),DECRIT DANS UN MANUEL GDQ ED.18 REV.3 DU 08/10/2020.

DATE 15.09.2022 BARBARA VIETTI MV(CERTIFICATEUR) - CERTIFICAT CREE ELECTRONIQUEMENT -Cogne

Coulée C09515 - 316 L - Ø 5,50 mm - 23864 Kg - le 06 10 2022 - ME015432.

Figure A-1-2 : Fiche matière du 316L

III. Fiche matière du 302HQ

COGNE ACCIAI SPECIALI S.p.a.
ITALY - 11100 AOSTA - VIA PARAVERA, 16
TEL +39.0165.3021 - FAX +39.0165.302296
CAP. SOC. 250.000.000 EUR INT. VERS.
C.F. 02187360967
VAT: IT00571320078 - R.E.A. n. AO-60474

Entreprise avec les systèmes de gestion certifiés selon ISO 9001, IATF 16949, EN 9100, ISO 14001 et ISO 45001

CERTIFICAT DE RECEPTION 3.1 (EN 10204:2004)
NUMERO DE DOCUMENT 2022052275
PAGE 1/1

CLIENT: TREFILERIES DES VOSGES S.A.S.
N. DE LA COMMANDE DU CLIENT: CF024230
USINE PRODUCTRICE: AOSTA, VIA PARAVRRA 16 - ITALIA
AUTEUR DU DOCUMENT: SERVICE QUALITE
NUMERO DE LA COMMANDE DE L'USINE: 0000012480 / 000010
SIGLE DU PRODUCTEUR: COGNE
AVIS D'EXPEDITION: 0081517706 / 000010 MASSE: 6126 KG / 13508 LB

SPECIFICATION INTERNE: TDVOSGES302HQREV0
PRODUIT: LAM Laminé a chaud FIL MACHINE TOLLERANCE: + 0,200 - 0,200 (+ 0,00788 - 0,00788 in)
FINITION SUPERFICIELLE:
ETAT DE LIVRAISON: SL HYPERTREMPE EN LIGNE
DIMENSIONS DU PRODUIT (MM): 5,500 (0,217 in)
NUANCE: 1.4567 NUANCE INTERNE: 304K
IDENTIFICATION N. DE COULEE: 274116 IDENTIFICATION N. DE LOT: 583100
MARQUAGE DU PRODUIT: 302HQ/1 MARQUAGE PIECES: 310

ELABORATION AU FOUR ELECTRIQUE + AOD + COULEE CONTINUE

ANALYSE CHIMIQUE DE COULEE SELON ASTM A751 - EN ISO 14284
Lot de control - Poids:020000941533 - 80.530 KG - 177.535 LB

ELEMENT	C	Si	Mn	P	S	N	Cr	Mo	Ni	Cu
UNITE DE MESURE	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w	% w/w
OBTENU	0,013	0,41	0,81	0,026	0,0008	0,018	17,31	0,39	9,20	3,30

ESSAI DE TRACTION AU ETAT DE FOURNITURE
Lot de control - Poids:020000942694 - 6.330 KG - 13.955 LB
SPECIFICATION EN-ISO6892-1 ORIENTATION DE L'EPROUVETTE: L

CONFORME
N. CHOFFE
le 11.11.2022

UNITE DE MESURE	Rm NMM	A %
		5.0 D
OBTENU	487	61,9

DIMENSION DU GRAIN
Lot de control - Poids:020000942694 - 6.330 KG - 13.955 LB
SPECIFICATION ASTME112 --
OBTENU 4,5

PROFONDEUR DES DÉFAUTS SUPERFICIELS DANS LES LIMITES FIXÉES PAR LA EN 10263-5
CONTROLE SPECTROTEST ANTIMELANGE CONFORME
LES PRODUITS SONT CONFORMES AUX DIRECTIVES: 2015/863/EU (ROHS3) - 2011/65/EU (ROHS2) - 2000/53/EU - 2002/95/EU(RoHS) - 2003/11/EU - 2005/618/EU.
MATERIEL PRODUIT DANS UN SYSTEME D'ASSURANCE QUALITE CERTIFIE'PAR KIWA CERMET EN ACCORD AVEC UNI EN ISO 9001:2015 ET IATF 16949:2016 (POUR CETTE DERNIERE SEULEMENT POUR FIL MACHINE ET BARRES EN ACIER LAMINE'-ECROUTE'-RECTIFIE'),DECRIT DANS UN MANUEL GDQ ED.18 REV.3 DU 08/10/2020.

Coulée C09590 - 302 HQ - Ø 5,5 mm - 6126 Kg - le 22 - 11 - 2022 - ME015531

DATE 15.11.2022 BARBARA VIETTI MV(CERTIFICATEUR) - CERTIFICAT CREE ELECTRONIQUEMENT -Cogne

Figure A-1-3 : Fiche matière du 304L

ANNEXE A-2 : Etude d'homogénéité de la microstructure et des caractéristiques mécaniques sur le 304L

Les trois nuances étudiées ont été soumis à des tests pour vérifier l'homogénéité des caractéristiques mécaniques et de la microstructure le long du fil. Afin, de ne pas alourdir le rapport, uniquement les résultats du 304L sont présentés dans cette annexe. Les résultats sur 302HQ et 316L sont similaires.

I. Méthode de prélèvement

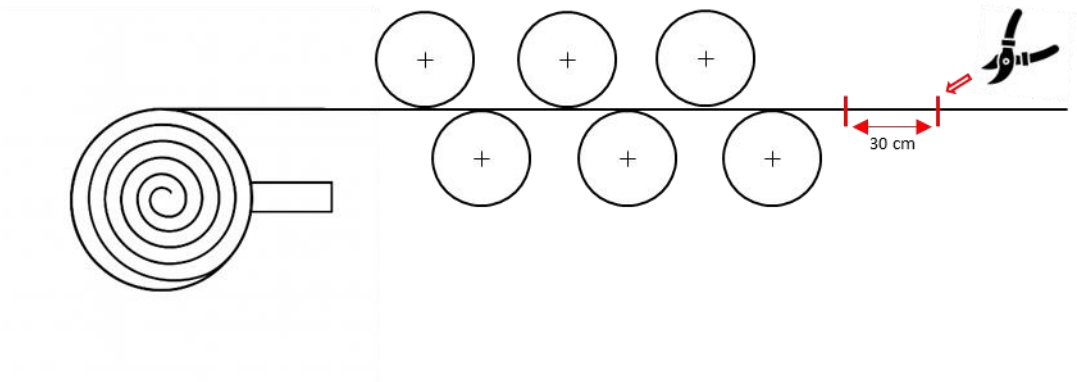

Figure A2-1: Méthode de prélèvement du fil

Un morceau de fil de 30 cm est prélevé au centre, début et fin de bobine. Le bobine est dévidé en début de ligne, passe dans les redresseurs puis sont coupé à la cisaille.

II. Microstructure

Les micrographies ont été effectuées suivant la direction de laminage et la direction transverse. La direction de laminage est visible ci-dessous. Il est clairement visible que la microstructure ne change pas le long du fil. La taille de grain reste constante.

II.a. Début de bobine

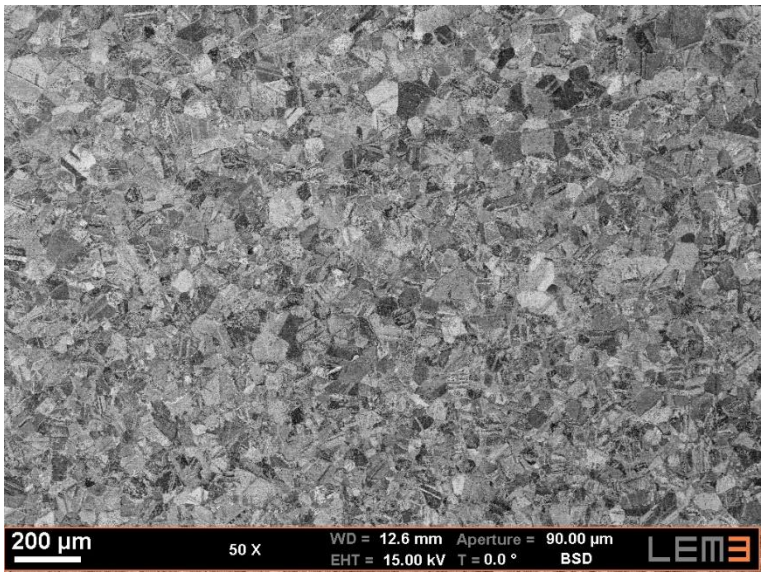

Figure A2-2 : Microstructure du 304L en début de bobine

II.b. Milieu de bobine

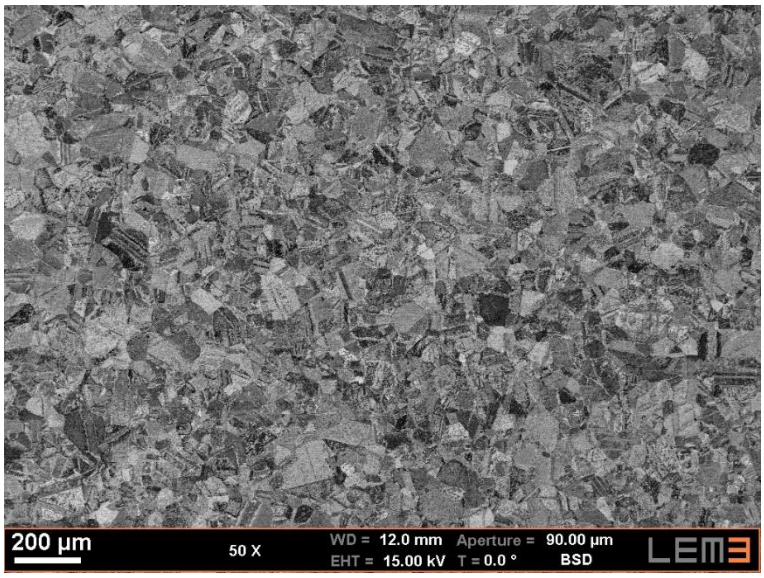

Figure A2-3 : Microstructure du 304L en milieu de bobine

II.c. Fin de bobine

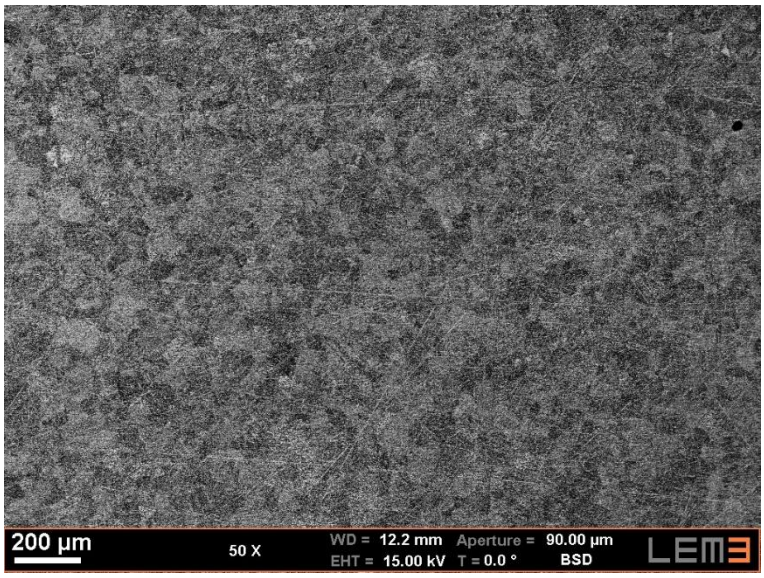

Figure A2-4 : Microstructure du 304L en fin de bobine

II. Caractéristiques mécaniques

Des essais de traction ont été effectués également en début, milieu et fin de bobine suivant la norme ISO 6892-1. Il est démontré que le positionnement dans la bobine n'a pas d'importance sur les caractéristiques mécaniques. La limite élastique, la résistance mécanique, l'allongement ainsi que le module d'écrouissage sont très proches.

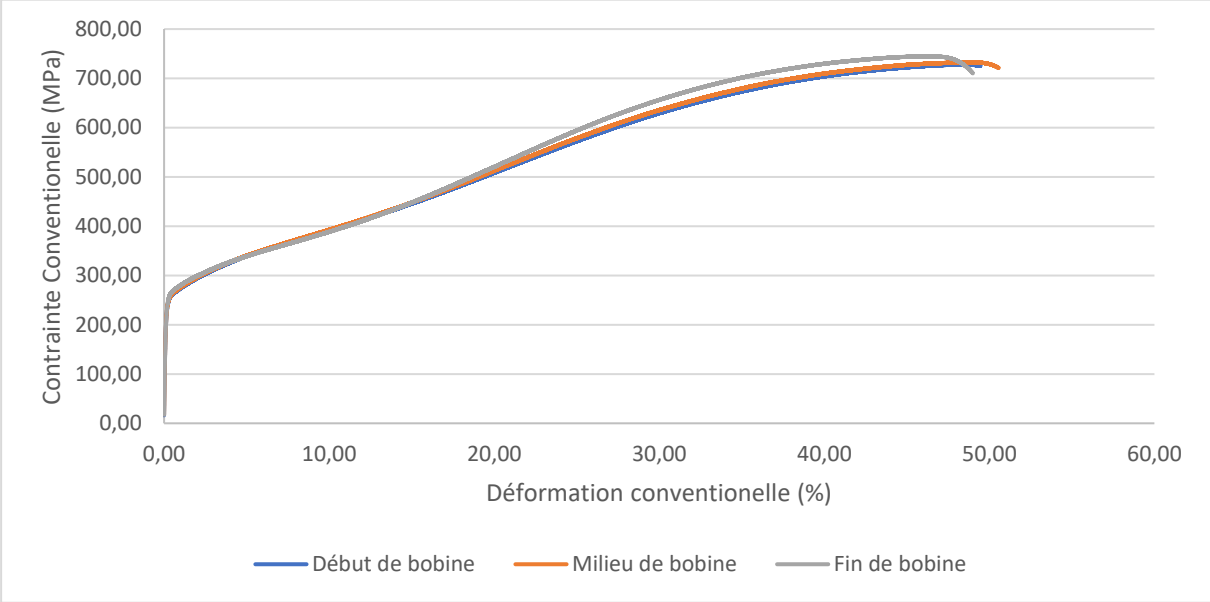

Figure A2-4 : Essai de traction sur le fil en début, milieu et fin de bobine

ANNEXE A-3 : Conception d'un dispositif pour la réalisation des essais de compression

Afin de réaliser les essais de compression, un système a été conçu permettant d'effectuer à la fois des essais de compression et de traction sur la même machine. Un pion en **Z160** est monté serré à la presse sur le support de compression. Une rainure a été usinée afin de permettre le placement de l'extensomètre à contact. Le support de compression, réalisé en **40CD4**, a été usiné puis fixé sur le bâti de la machine à l'aide d'une vis M30. Le montage a été usiné en deux exemplaires afin de servir à la fois de support inférieur et de support supérieur.

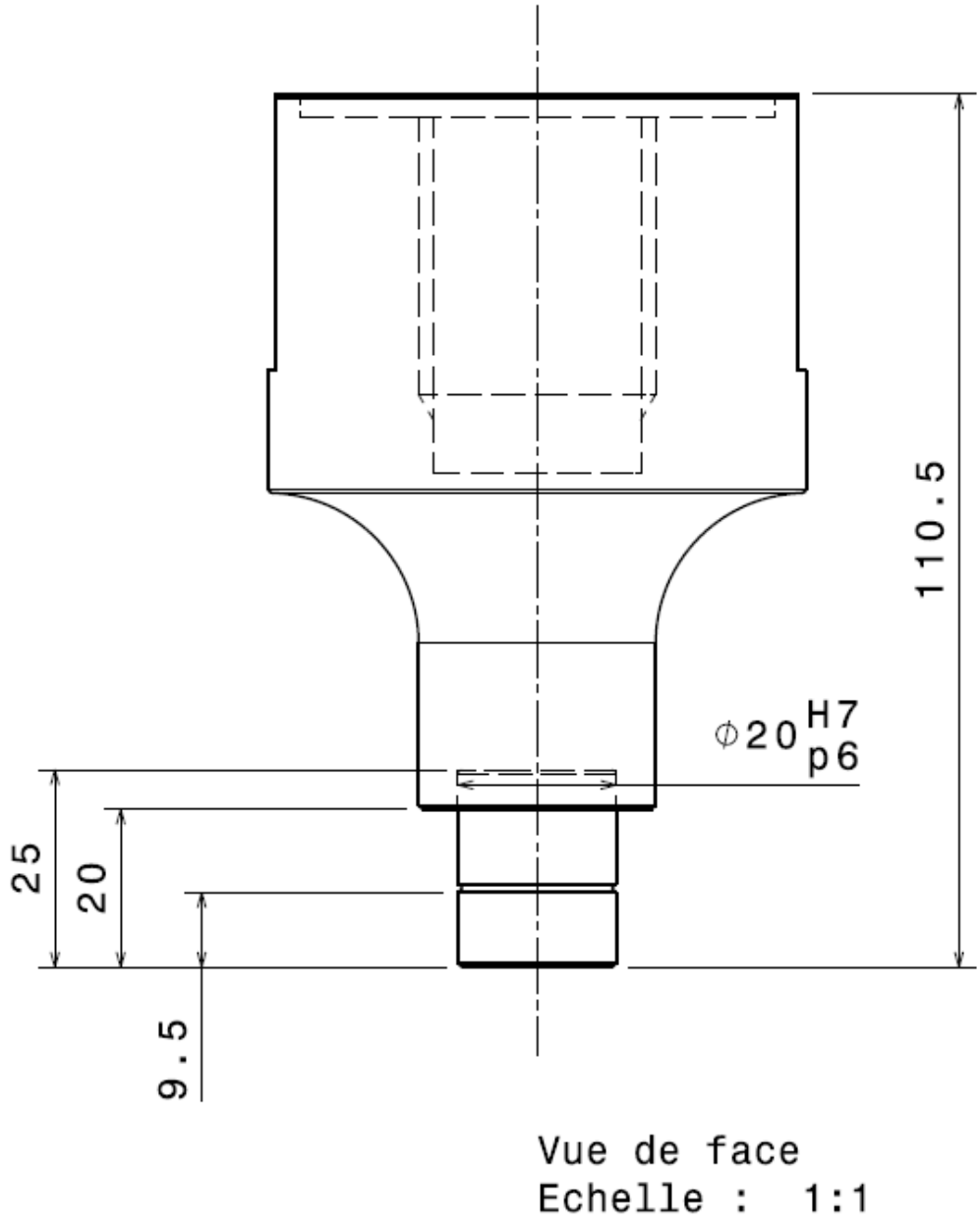

Figure A3-1 : Mise en plan de l'ensemble support de compression

ANNEXE A-4 : Résultats ferriscope

I. Méthode de mesures

La méthode de mesure de la fraction de martensite par magnétisme est basée sur la différence de perméabilité magnétique entre l'austénite (paramagnétique) et la martensite (ferromagnétique). Une sonde génère un champ magnétique alternatif au contact de l'échantillon. Le signal de réponse va dépendre de la quantité de phase ferromagnétique présente. L'appareil utilisé est un ferriscope FMP30.
A la différence de la méthode de diffraction des Rayons X, la mesure par magnétisme est plus globale. Le volume mesuré est beaucoup plus important tant en surface qu'en profondeur. En DRX la profondeur max est d'une dizaine de microns lors que par magnétisme cette profondeur est supérieure au minimètre. Cette mesure donne une moyenne sur une zone plus importante.

II. Comparaison des méthodes de mesures

Concernant le 304L, la DRX donne des valeurs nettement plus élevées que celles obtenues par magnétisme, et cet écart s'accentue au-delà de 20 % de réduction d'épaisseur. À 60 % de réduction, la DRX mesure environ 95 % de phase martensitique, contre 60 % par magnétisme.
Pour le 316L, la transformation martensitique est beaucoup plus limitée et les valeurs obtenues par DRX et magnétisme sont très proches, bien que la DRX reste légèrement plus élevée.
Le 302HQ présente un comportement assez similaire au 316L, avec toutefois un écart légèrement plus marqué entre DRX et magnétisme.
Ces différences s'expliquent par la nature des méthodes : la DRX est une technique locale, sensible aux zones les plus transformées, tandis que le magnétisme fournit une mesure moyenne plus globale. Dans le cas du 304L, la mesure DRX a été effectuée au milieu de l'échantillon, zone où la fraction de phase transformée est la plus importante **(voir Figure III-45 : fraction de martensite en rouge sur l'épaisseur, mesurée par cartographies EBSD multi-maps : a. laminage à froid à 20 %, b. laminage à froid à 40 %, c. laminage à froid à 60 %).**

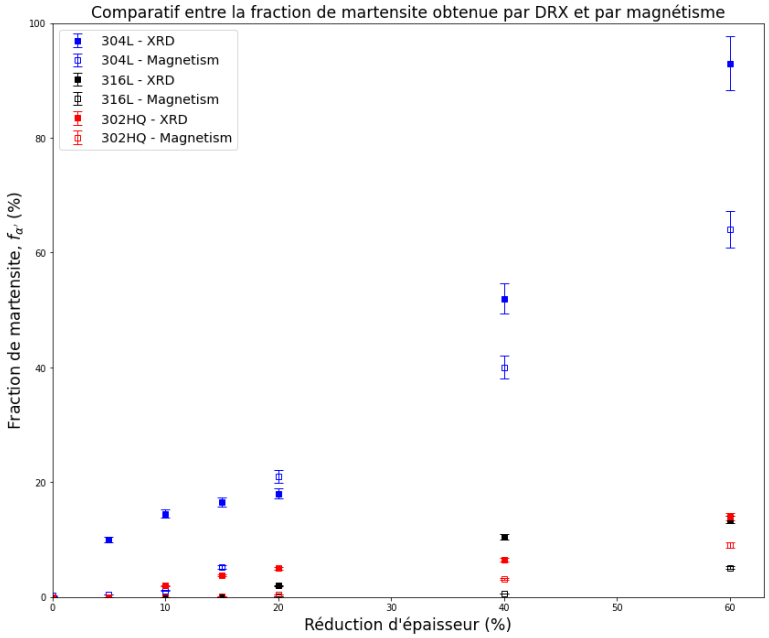

Figure A4-1 : Comparatif des méthodes de mesures de martensites

ANNEXE B : Résultats expérimentaux

ANNEXE B-1 : Mécanisme de déformation du 316L en traction

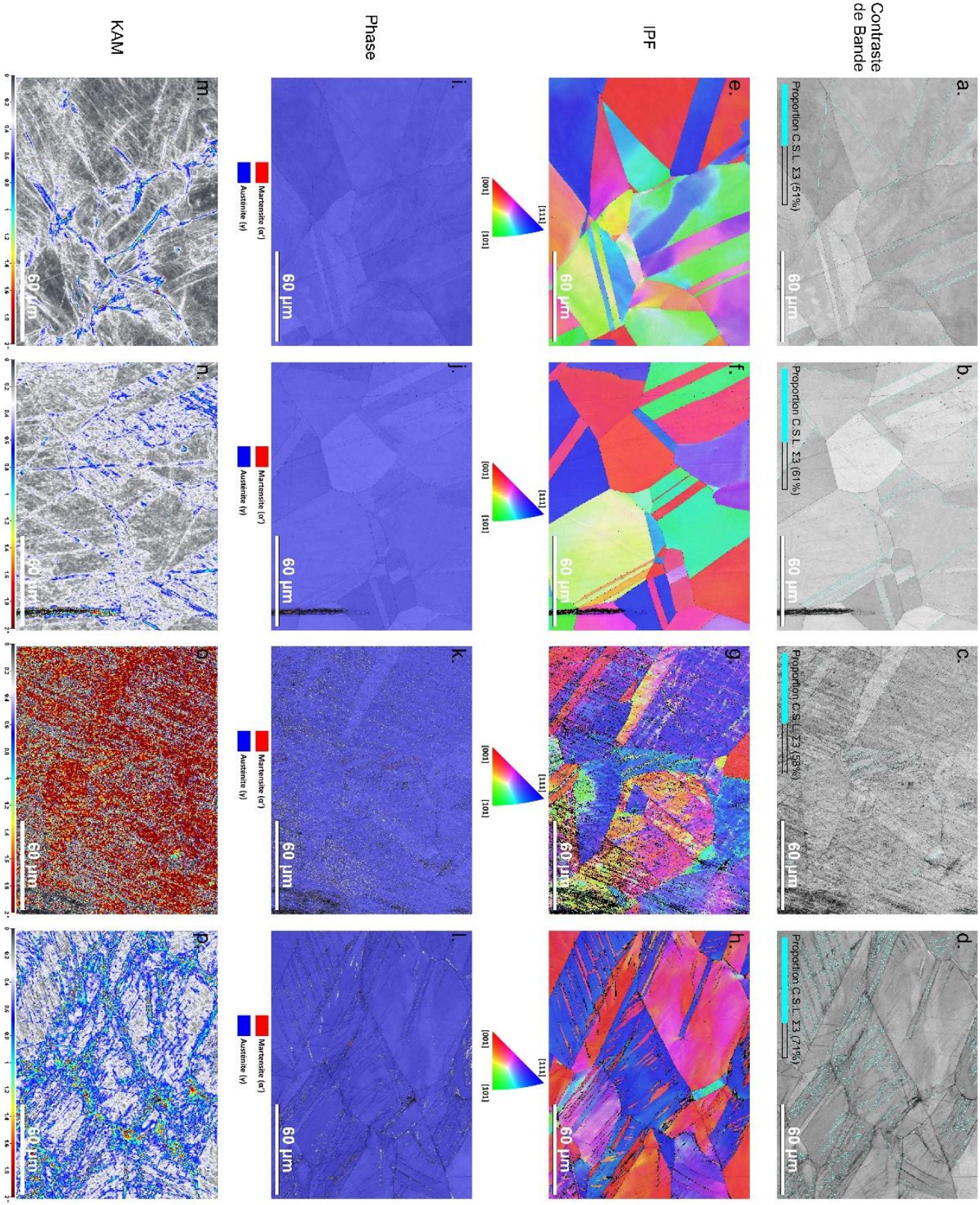

Figure B-1-1 : Effet du mode de sollicitation sur le 316L en traction à 5x10^{-4} s^{-1}, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-n.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-2 : Effet de la vitesse de déformation du 316L en traction

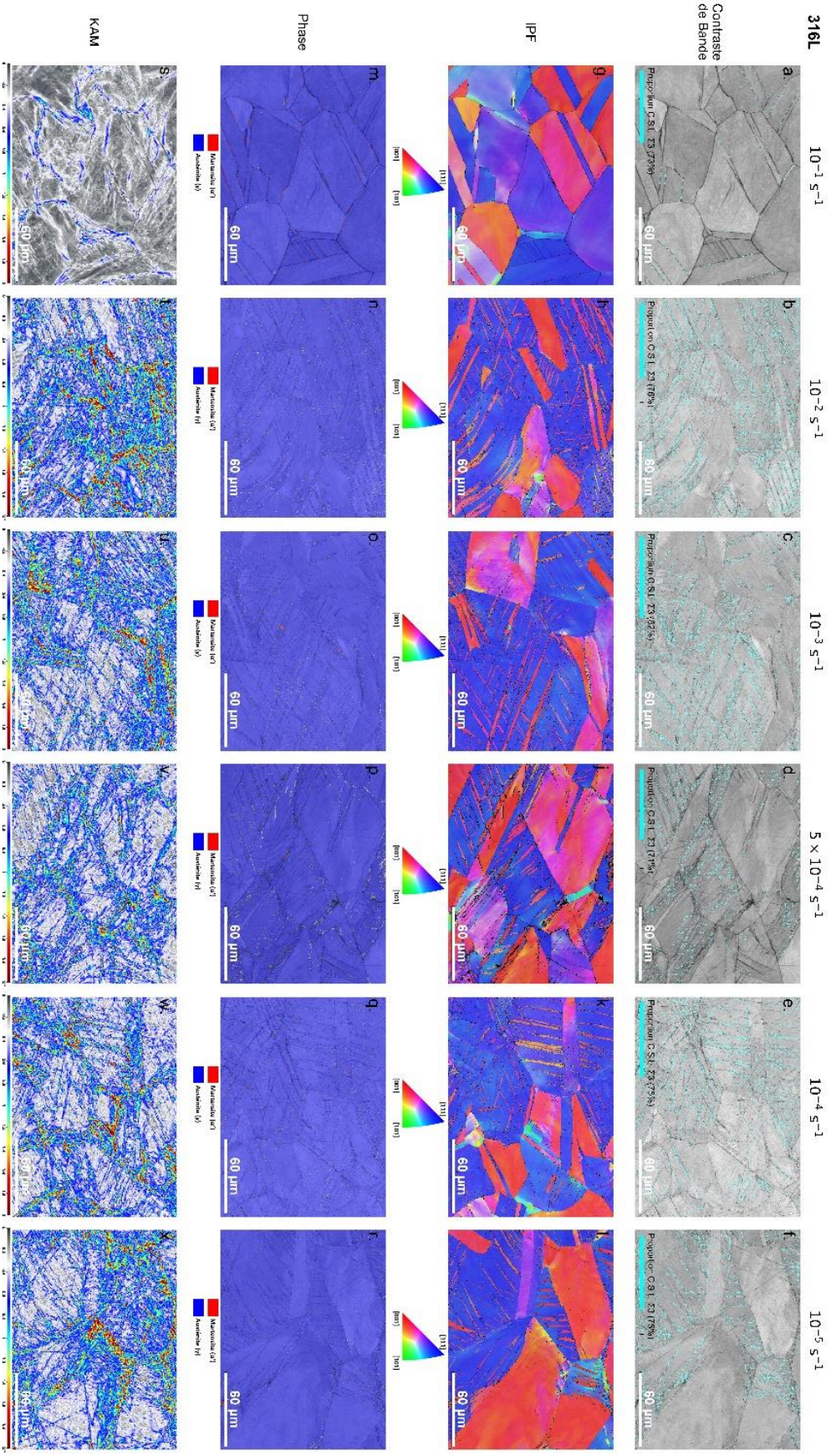

Figure B-2-1 : Effet de la vitesse de déformation sur le 316L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-3 : Mécanisme de déformation du 316L en Compression

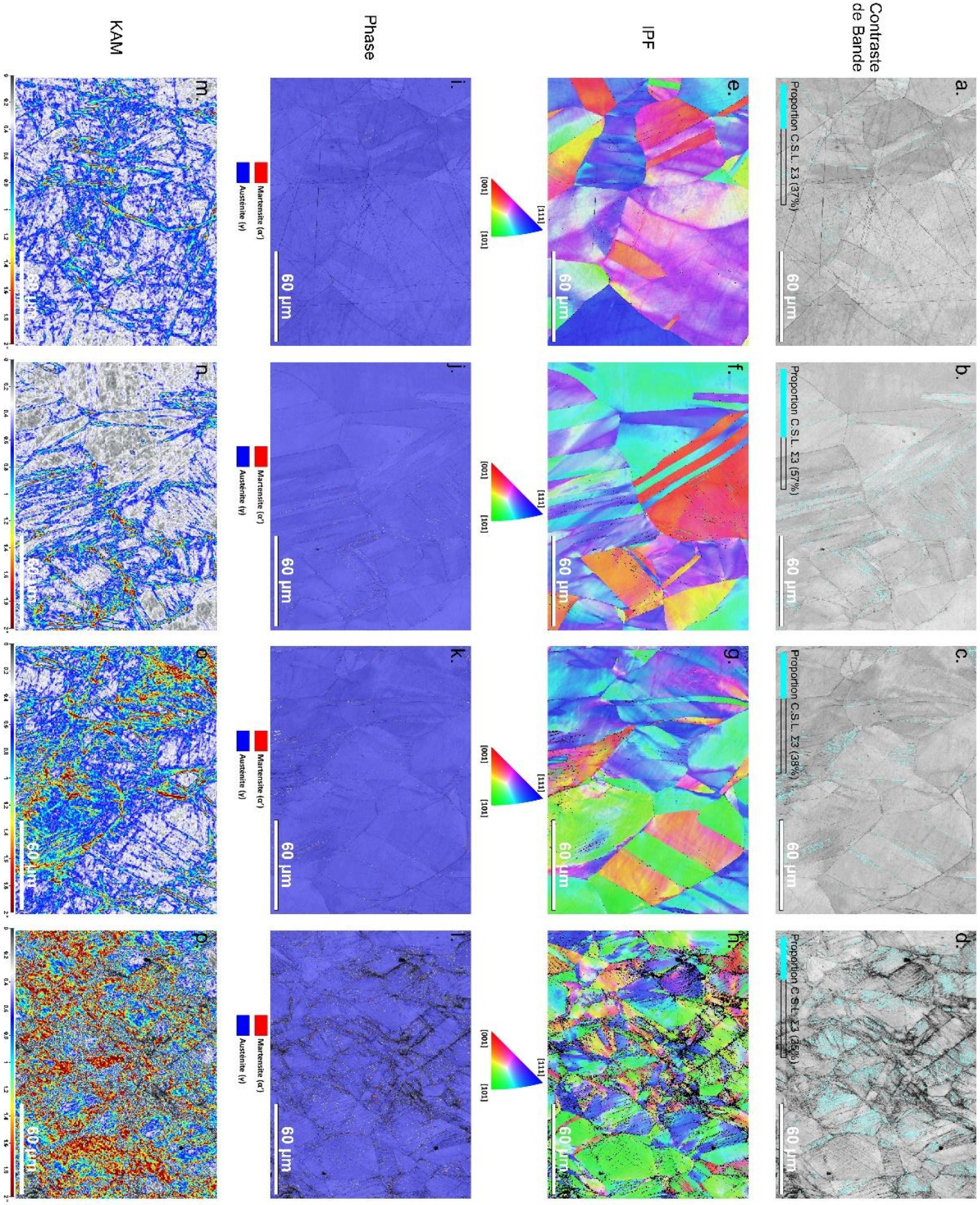

Figure B-3-1 : Effet du mode de sollicitation sur le 316L en compression à 5x10^{-4} s^{-1}, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-n.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-4 : Effet de la vitesse de déformation du 316L en Compression

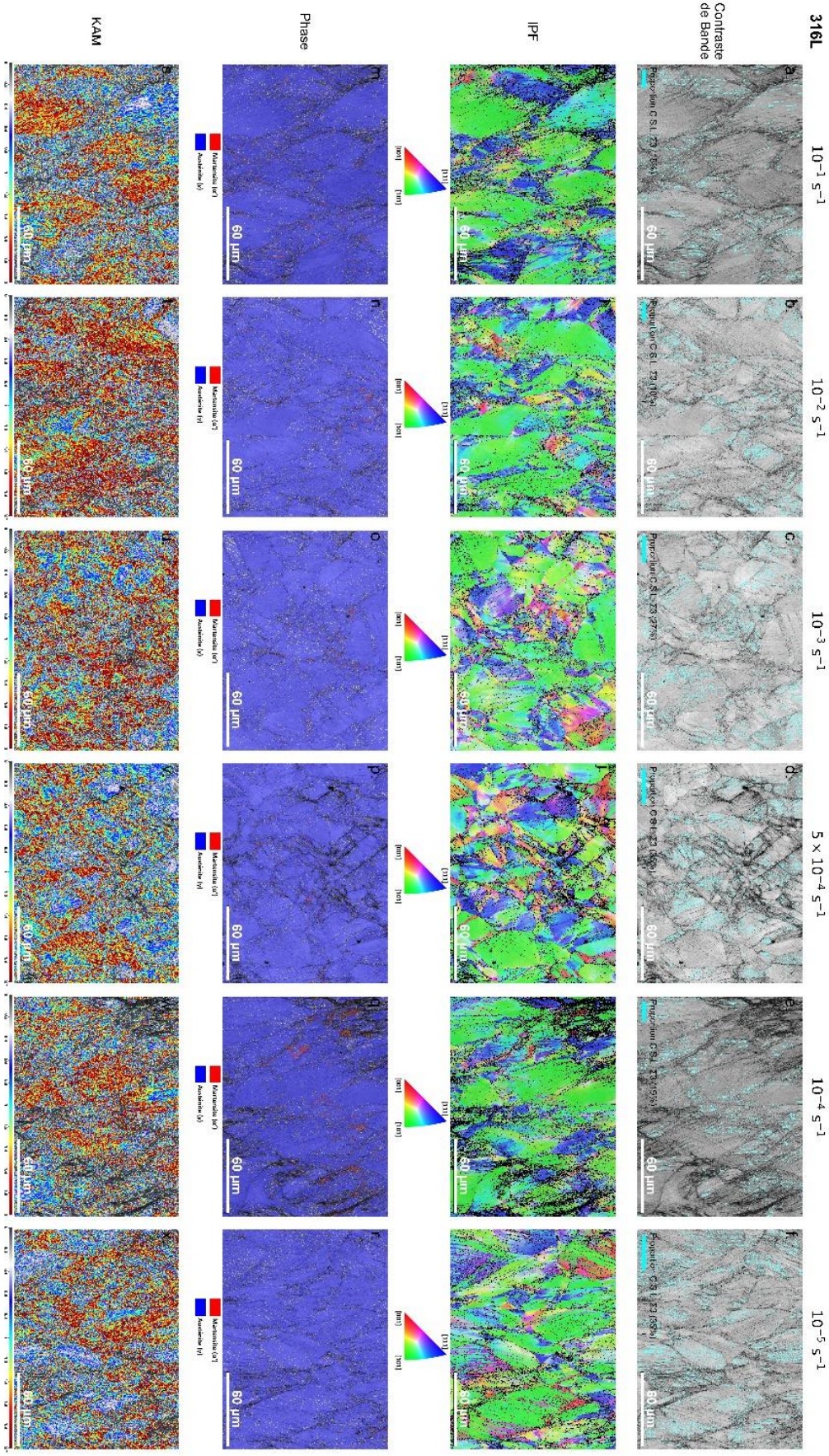

Figure B-4-1 : Effet de la vitesse de déformation sur le 316L en compression à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-5 : Mécanisme de déformation du 302HQ en traction

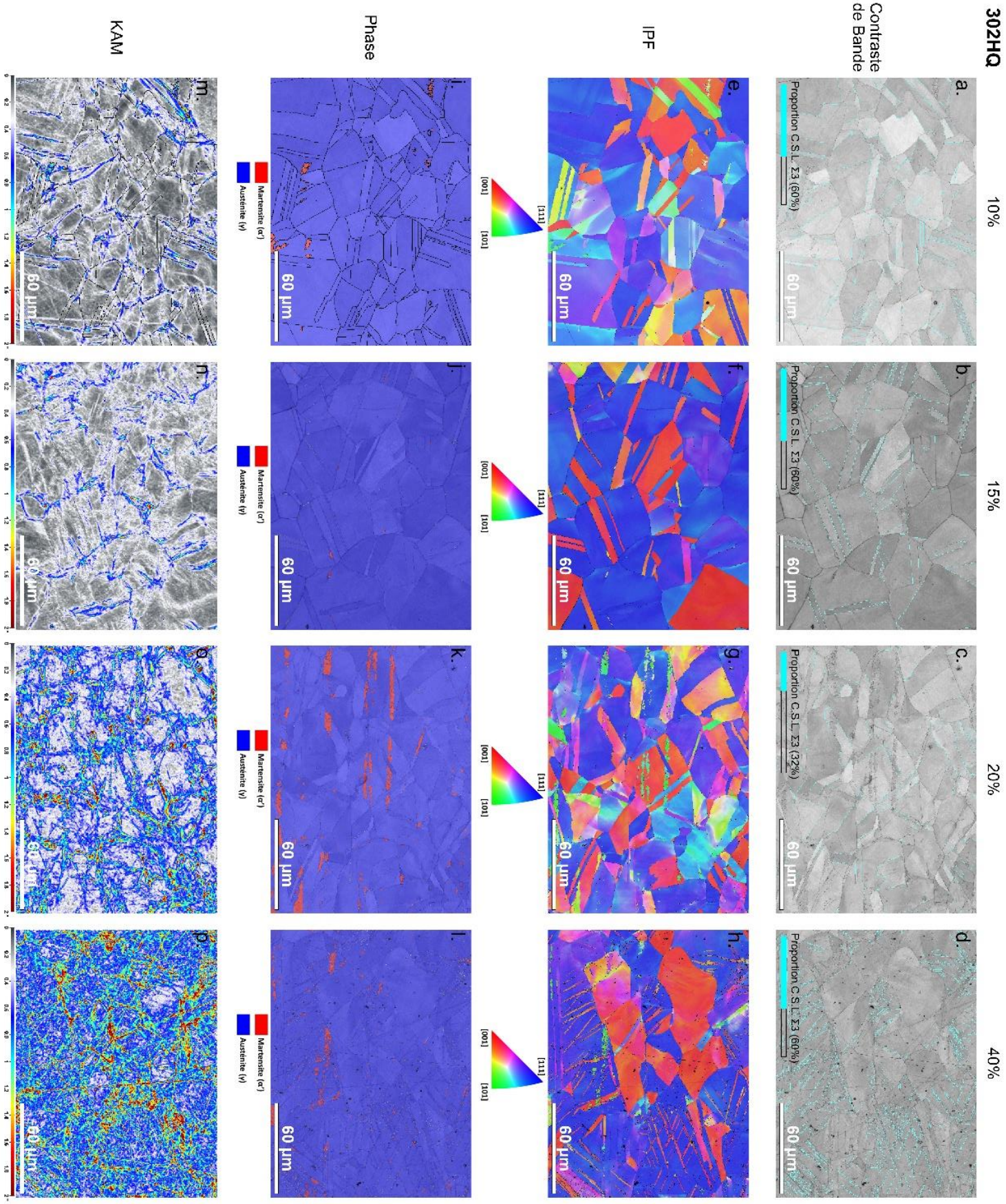

Figure B-5-1 : Effet du mode de sollicitation sur le 302HQ en traction à $5x10^{-4}$ s^{-1}, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-n.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-6 : Effet de la vitesse de déformation du 302HQ en traction

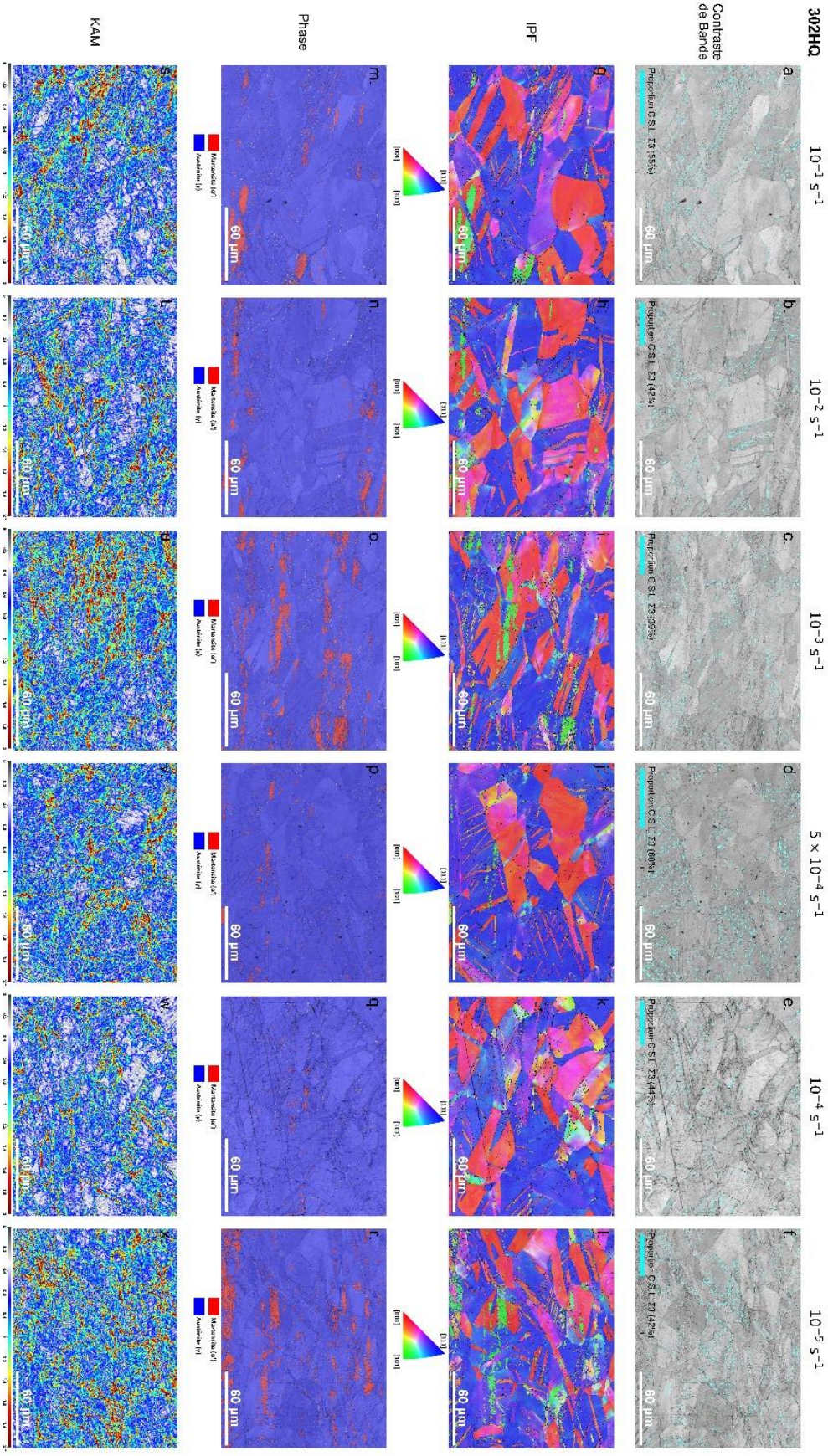

Figure B-6-1 : Effet de la vitesse de déformation sur le 302HQ en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-7 : Mécanisme de déformation du 302HQ en Compression

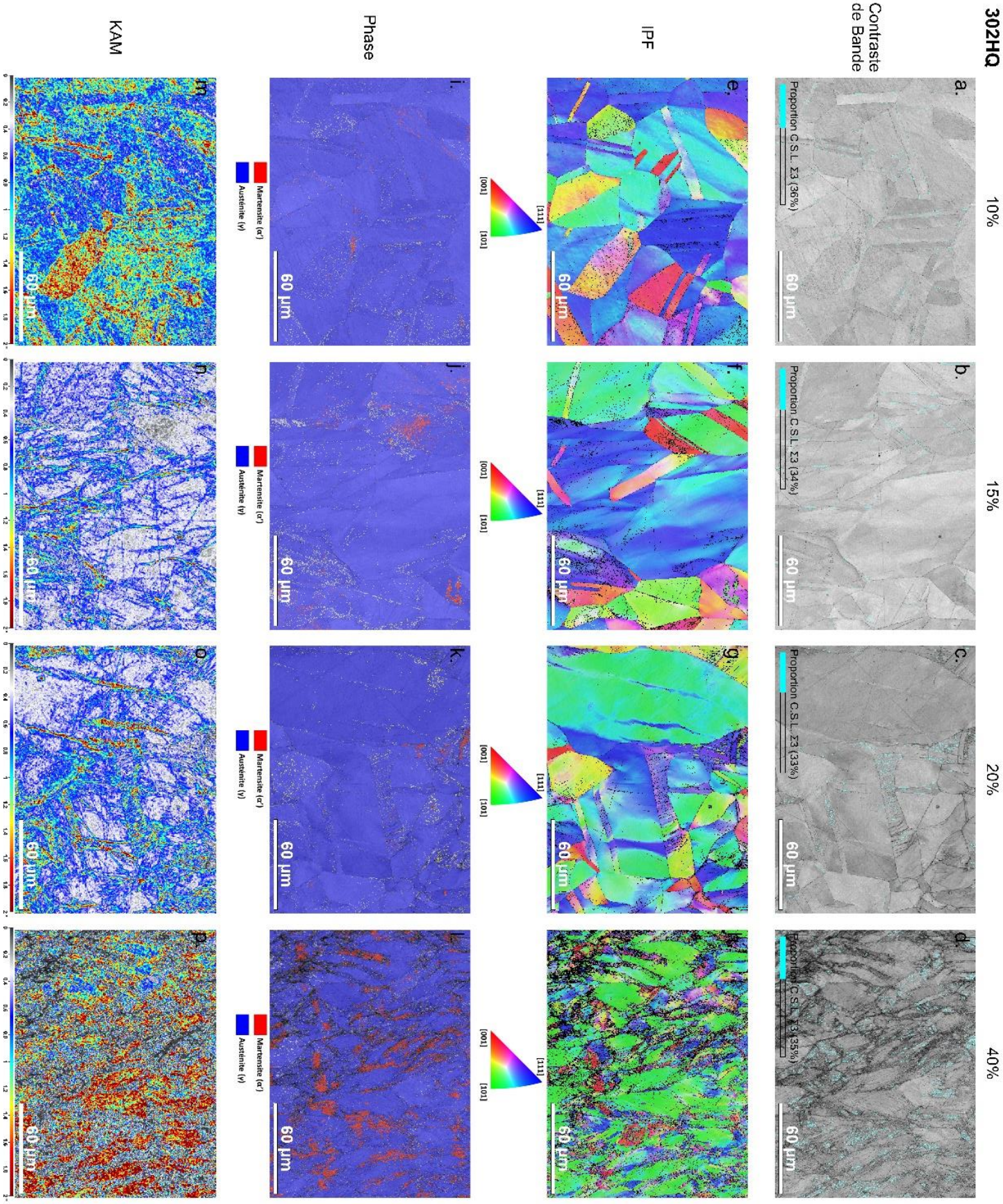

Figure B-7-1 : Effet du mode de sollicitation sur le 302HQ en compression à 5x10^{-4} s^{-1}, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-n.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-8 : Effet de la vitesse de déformation du 302HQ en Compression

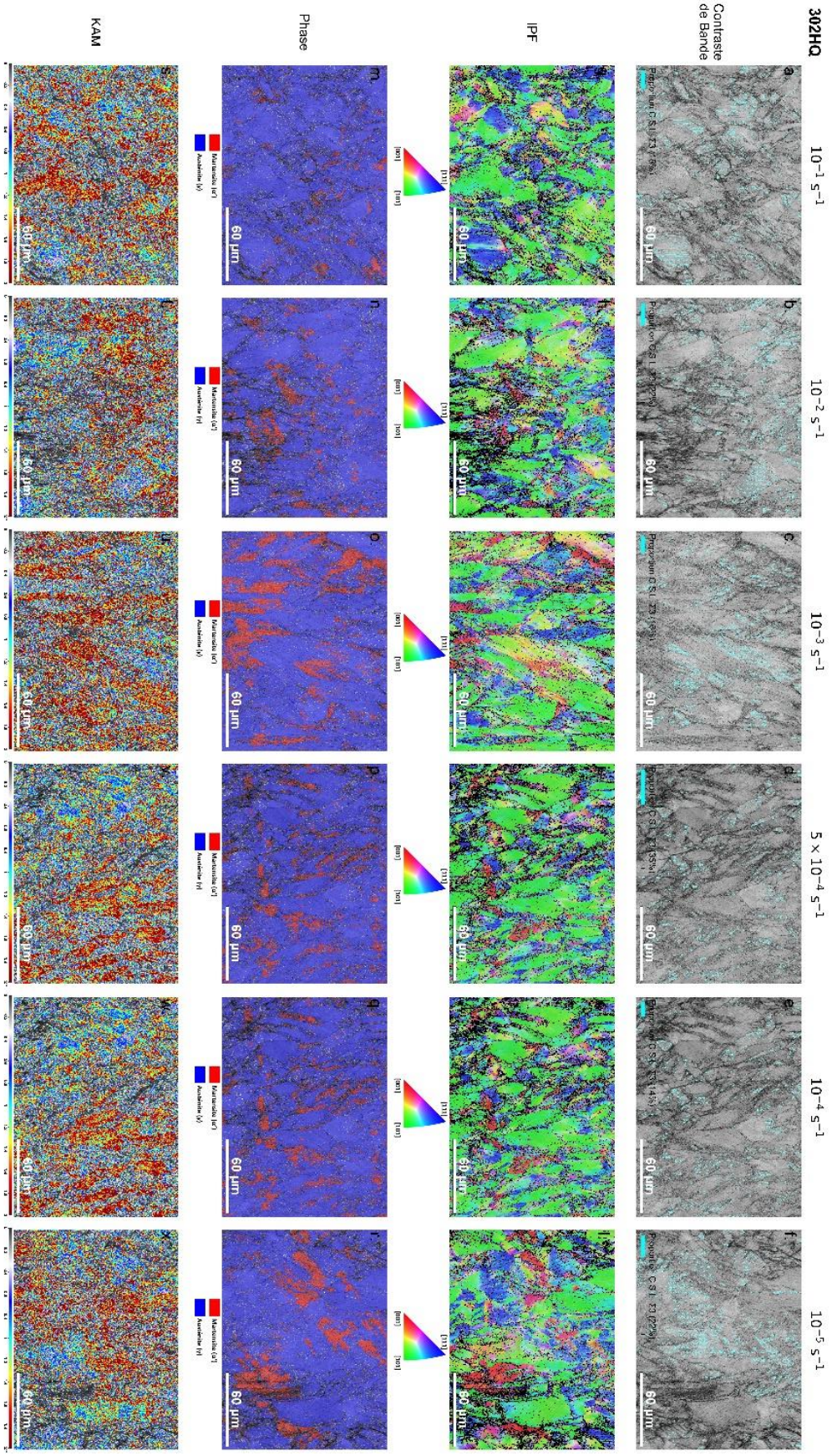

Figure B-8-1 : Effet de la vitesse de déformation sur le 302HQ en compression à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-9 : Mécanisme de déformation du 304L en traction à 100 °C

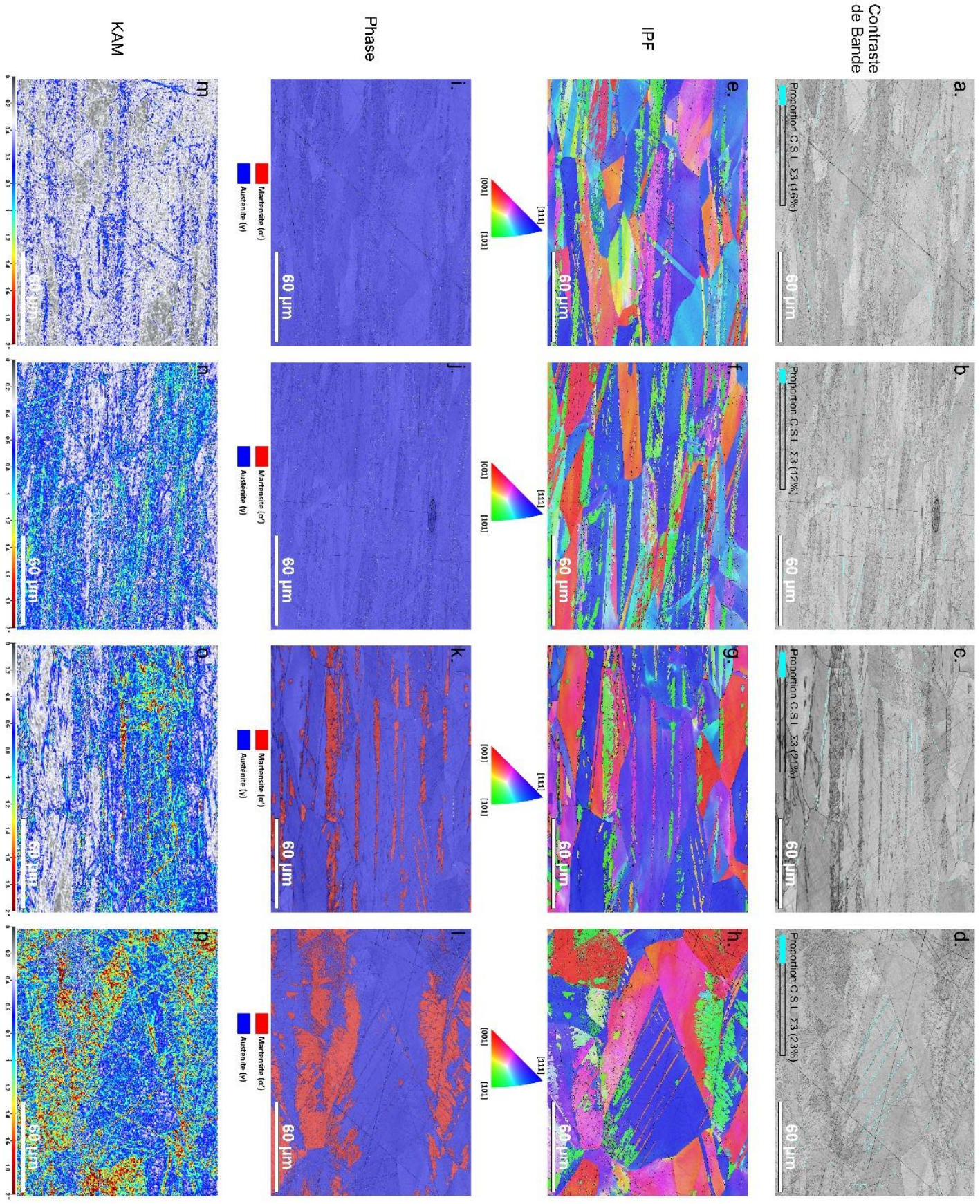

Figure B-9-1 Effet de la température à 100 °C sur le 304L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-h.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-10 : Mécanisme de déformation du 304L en traction à 200 °C

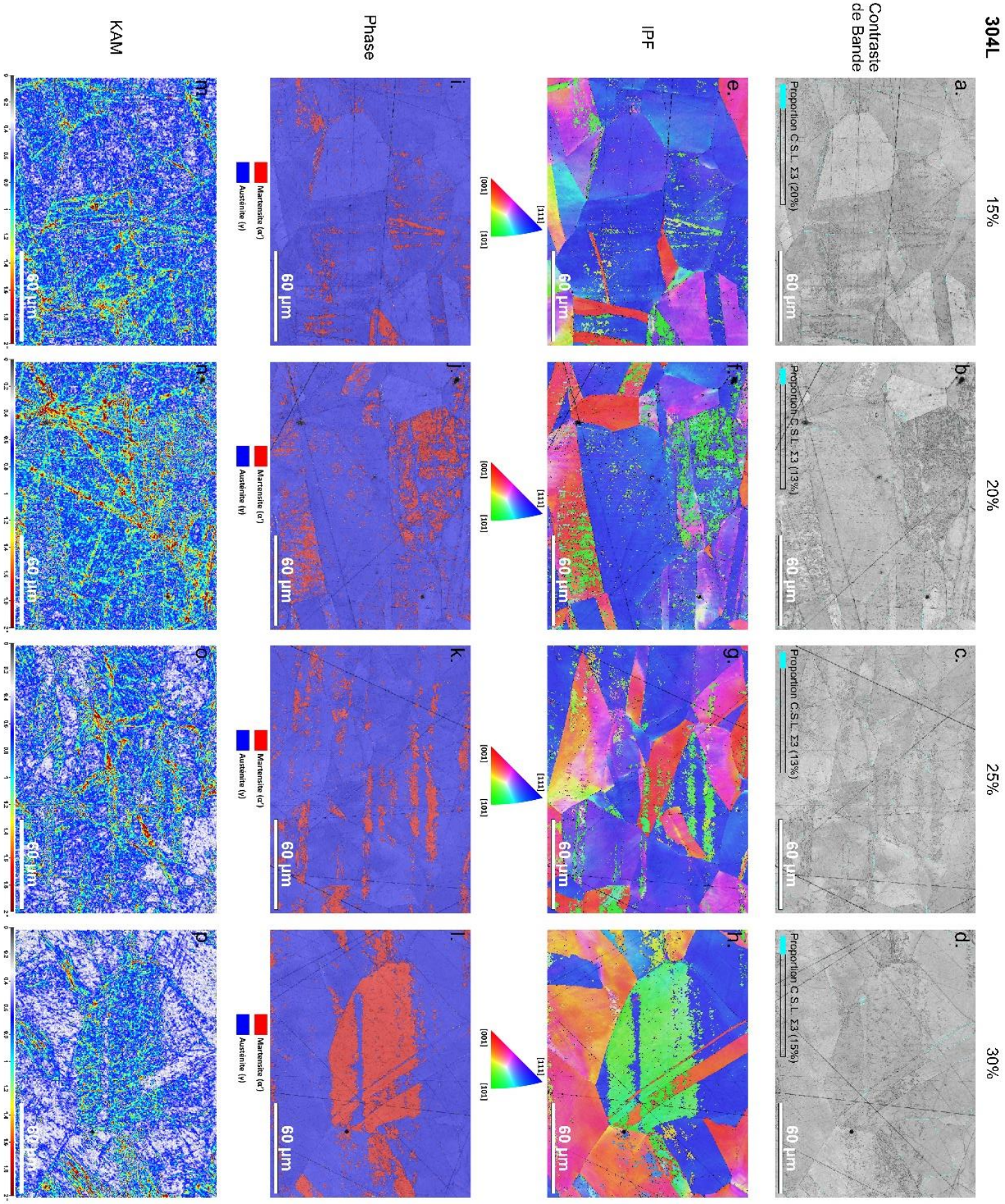

Figure B-10-1 : Effet de la température à 200 °C sur le 304L en traction à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-h.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-11 : Mécanisme de déformation du 304L en Compression à une vitesse de 10^{-2} s^{-1}

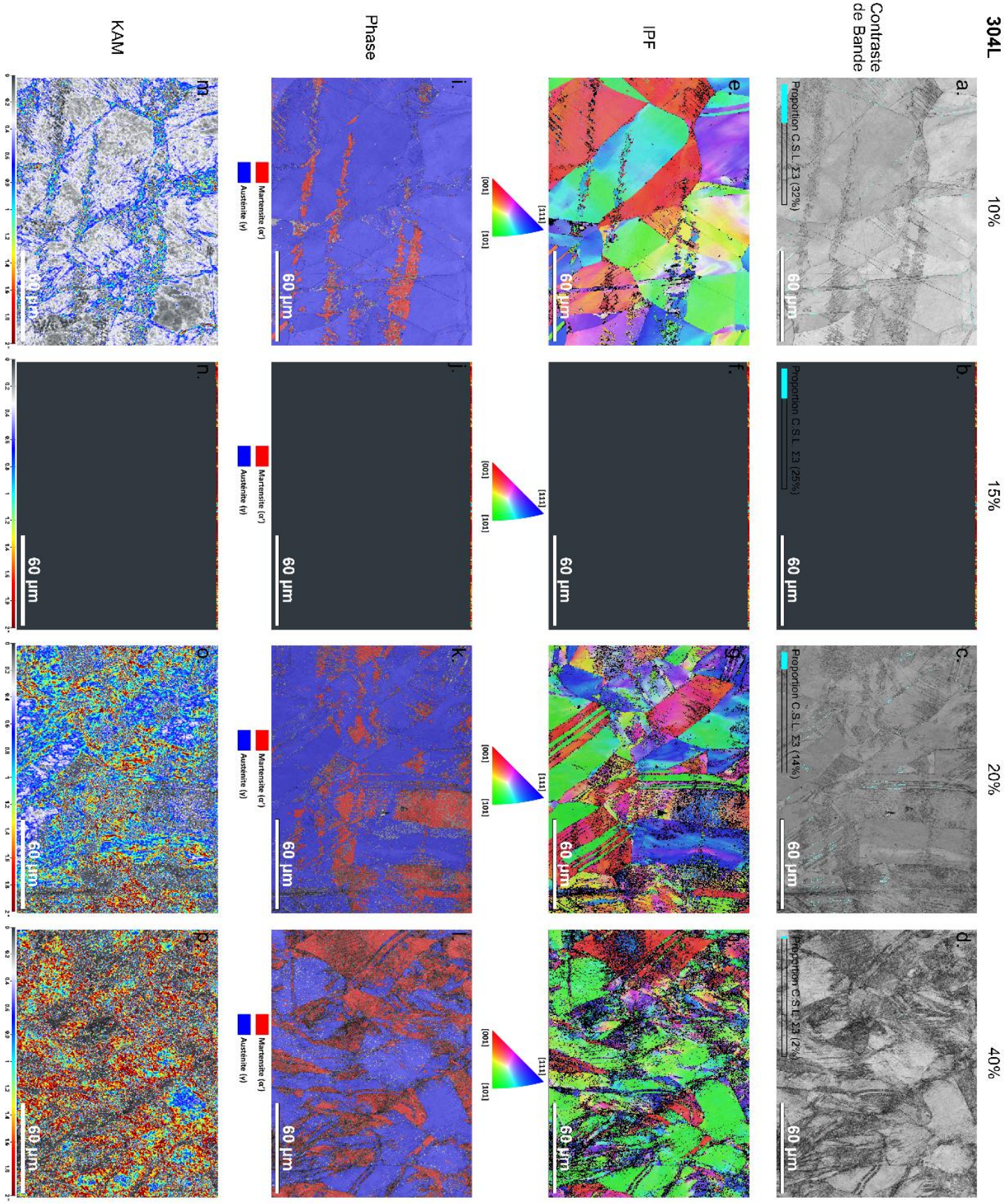

Figure B-11-1 : Effet du mode de sollicitation sur le 304L en compression à 5x10^{-4} s^{-1}, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-n.) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.

ANNEXE B-12 : Effet de la vitesse de déformation du 304L en Compression

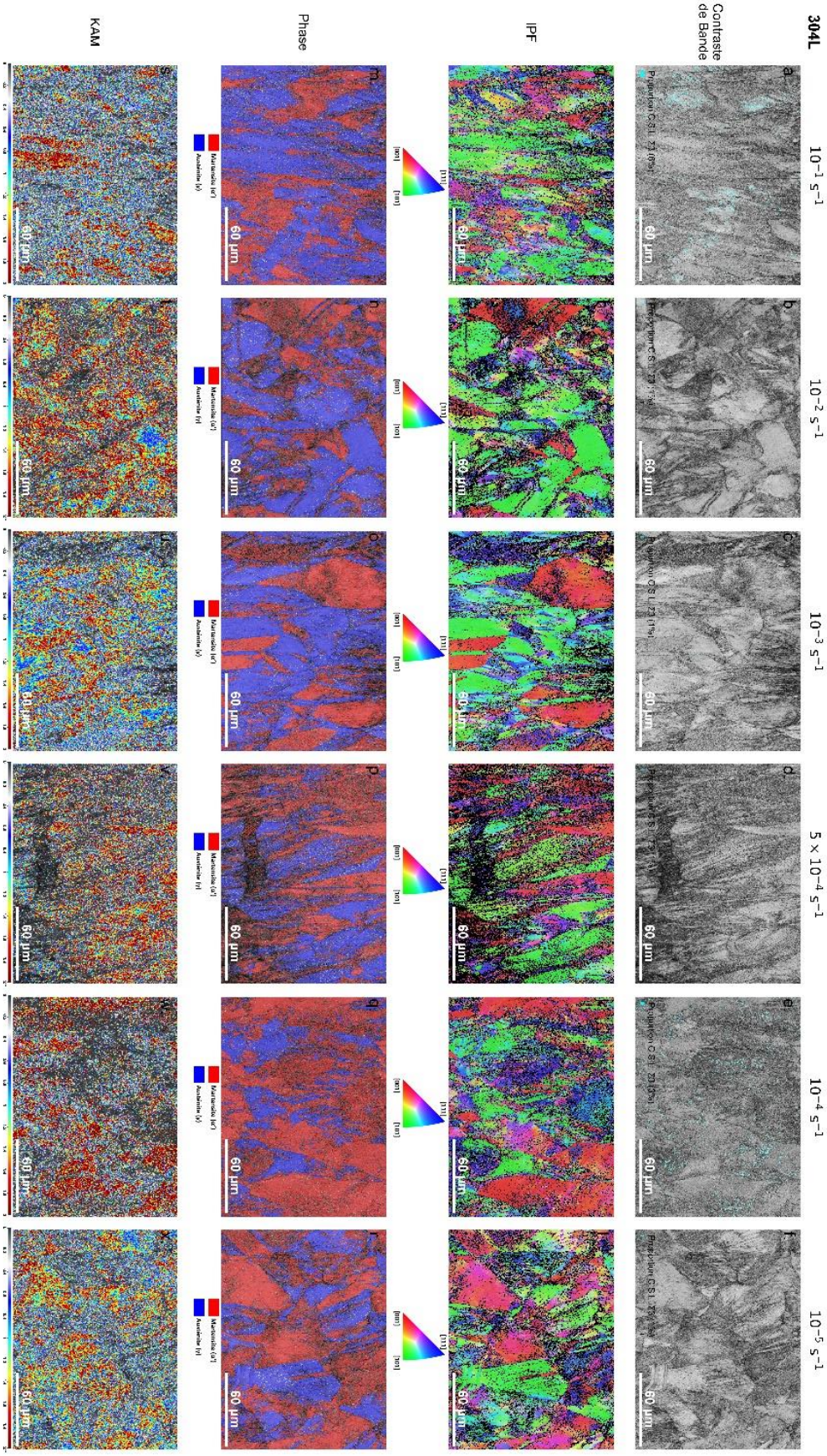

Figure B-12-1 : Effet de la vitesse de déformation sur le 304L en compression à différentes vitesses, (a.-d.) contraste de bande avec proportion de CSL en couleur cyan, (e.-.n) Figure de pôle inverse, (i.-l.) contraste de phase, (m.-p.) KAM.