



**HAL**  
open science

# Les mécanismes de déformation d'un acier TWIP FeMnC : une étude par diffraction des rayons X

Jean-Louis Collet

► **To cite this version:**

Jean-Louis Collet. Les mécanismes de déformation d'un acier TWIP FeMnC : une étude par diffraction des rayons X. Matériaux. Institut National Polytechnique de Grenoble - INPG, 2009. Français. NNT : . tel-00376431

**HAL Id: tel-00376431**

**<https://theses.hal.science/tel-00376431>**

Submitted on 17 Apr 2009

**HAL** is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

# **INSTITUT POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE**

N° attribué par la bibliothèque

|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|\_|

## **THESE**

pour obtenir le grade de

**DOCTEUR DE L'Institut polytechnique de Grenoble**

**Spécialité** : « Matériaux, Mécanique, Génie Civil, Electrochimie »

préparée au laboratoire Sciences et Ingénierie des Matériaux et Procédés

dans le cadre de ***Ecole Doctorale*** « Ingénierie – Matériaux, Mécanique, Environnement, Energétique, Procédés, Production »

présentée et soutenue publiquement

par

**Jean Louis COLLET**

Le 9 mars 2009

## **TITRE**

**Les mécanismes de déformation d'un acier TWIP FeMnC : une étude par diffraction des rayons X**

DIRECTEURS DE THESE

Françoise BLEY  
Alexis DESCHAMPS

## **JURY**

M. Julian DRIVER,		, Président
M. Pascal JACQUES,		, Rapporteur
M <sup>me</sup> . Marie-Hélène MATHON,		, Rapporteur
M. Jean-François BERAR,		, Examineur
M <sup>me</sup> . Françoise BLEY,		, Directrice de thèse
M. Alexis DESCHAMPS,		, Directeur de thèse
M. Colin SCOTT,		, Co-encadrant



# Résumé

Les mécanismes de déformation des aciers TWIP austénitiques Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C ont été étudiés par une analyse quantitative des profils des pics de diffraction aux rayons X. Les densités de dislocations et les probabilités de fautes d'empilement ont été déterminées en utilisant respectivement le modèle de Wilkens et la théorie de Warren. Cette approche de l'analyse des profils de raie a été modifiée pour prendre en compte l'effet des empilements de dislocations provoqués par le glissement planaire de celles-ci dans les métaux CFC à faible énergie de faute d'empilement. L'analyse quantitative du champ de contrainte moyen en tête des empilements de dislocations montre que celui-ci est égal au back-stress dans ces matériaux, ce qui nous a permis une mesure non destructive de celui-ci.

Les résultats de cette méthode ont été confirmés à l'aide de l'indexation automatique de clichés de diffraction en microscopie électronique et de densités de dislocations mesurées par variation de la masse volumique issues de la littérature. Cette méthode a également été appliquée avec succès sur un échantillon standard, en l'occurrence un monocristal de cuivre.

Nous avons confirmé que les mécanismes de déformation des aciers Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C, basés principalement sur la formation de martensite à très basse température, laissent place à un maclage intense à température ambiante puis au seul glissement des dislocations à haute température. L'analyse quantitative que nous avons développée a été également appliquée à des aciers TWIP Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C restaurés. La comparaison des mesures de densités de dislocations et du back-stress avec l'évolution de la contrainte d'écoulement durant le traitement thermique démontre clairement que le durcissement induit par le maclage n'est pas identifiable au back-stress.

# Abstract

The deformation mechanisms of austenitic Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C TWIP steels have been investigated using a quantitative X-ray diffraction peak profile analysis. The dislocation densities and the stacking fault probabilities have been determined using the Wilkens model and the Warren theory respectively. This approach of peak profile analysis has been modified in order to take into account the effect of dislocation pile-ups due to the planar glide of dislocations that occurs in such low stacking fault energy FCC metals. The quantitative analysis of the average strain field at the head of dislocation pile-ups has demonstrated that the strong back-stress effect, in these materials, is directly linked to it.

The results of this method have been confirmed by automatic indexing of electron diffraction patterns and by dislocation densities of the literature measured with physical density variation. This method has also been applied successfully on a model copper single crystal.

We have confirmed that the deformation mechanisms of Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C steels shift from the formation of martensite at very low temperature, to twinning around room temperature and dislocation glide at higher temperatures. The developed quantitative analysis has also been applied on recovered Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C TWIP steels. The comparison of measured dislocation densities and back-stress with the flow stress evolution during thermal treatment clearly demonstrate that the hardening due to twinning is not equivalent to the back-stress.

# Remerciements

Ce mémoire est le résultat de quatre années de recherche au sein du SIMAP dans le cadre d'un stage de Master de Recherche puis d'une thèse financée par une convention CIFRE avec Arcelor Research du Groupe ArcelorMittal.

Je ne remercierai jamais assez Françoise Bley et Alexis Deschamps pour m'avoir encadré tout ce temps et avoir su faire preuve d'une infinie patience pour m'aider à me « dépatouiller » de mes défauts cristallins et de mes pics de diffraction. Je tiens aussi à exprimer ma gratitude à Colin Scott qui m'a permis de découvrir ces aciers fantastiques que sont les aciers TWIP. Je remercie aussi Henri De Monestrol pour m'avoir initié aux joies du modèle de Warren et de l'analyse des profils de raies.

Je remercie Messieurs Julian Driver, Pascal Jacques et Jean-François Bélar ainsi que Madame Marie-Hélène Mathon de m'avoir fait l'honneur de juger de manière impartiale mon travail.

Je tiens à remercier Michel Pons et Jean-Marc Chaix, Directeurs successifs du SIMAP, pour m'avoir accueilli au sein du laboratoire. Je remercie également Michel Babbit pour son accueil au sein du centre Auto d'Arcelor Research.

Merci infiniment aux thésards du SIMAP (Guillaume, Thorsten, Benjamin, Malika et Nicolas) qui m'ont accompagnés dans mes nuits d'insomnies à l'ESRF. Je remercie Marc Verdier et Marc De Boissieu pour m'avoir également épaulé dans mes expériences synchrotrons et pour leurs conseils éclairés.

Merci aussi à Stéphan Arnaud, Bernard Caillot, Nathalie Boudet et Jean-François Bélar de D2AM pour leur travail remarquable sur la ligne BM02.

Je remercie chaleureusement l'ensemble de l'équipe de physique du métal pour leurs conseils et leur bonne humeur.

Un grand merci également à Olivier Bouaziz, Sébastien Allain et Philippe Cugy pour leur passion communicative des aciers. Merci aussi à Gérard et Blandine pour la préparation des échantillons et leur entrain.

Merci également à Jean-Louis Chemin pour sa disponibilité et pour le développement de la micro-machine de traction avec Guillaume Fribourg. Je remercie également Alain Domaine pour la réalisation des micro-éprouvettes.

Je salue aussi Edgar Rauch, Muriel Veron et Daniel Bouleau pour les manip de microscopie et également Hervé Roussel et Stéphane Coindeau pour les mesures de diffraction sur diffractomètre classique ainsi que Marek Niewczas pour nous avoir fourni des monocristaux de cuivre.

Je remercie particulièrement Bruno Gilles pour m'avoir supporté pendant toutes ces années.

Je tiens aussi à remercier Ludovic Laé et John Dunlop pour leurs conseils informatiques éclairés.

Je remercie la société Microsoft sans qui le monde de la bureautique ne serait hélas pas ce qu'il est. Je remercie également la SNCF pour ses arrêts de 20 minutes à Dijon et Culmont-Chalindrey entre Grenoble et Metz.

Je n'oublie pas ma famille qui m'a soutenue et aidé tant matériellement que moralement : Père Co, Mâ, Cécile, Rémi et Henri.

Enfin, je remercie ma compagne Julie, ces années passées loin l'un de l'autre n'auront pas été vaines. Ce mémoire lui est dédié.

# Table des matières

<b>Résumé</b>	<b>i</b>
<b>Abstract</b>	<b>ii</b>
<b>Remerciements</b>	<b>iii</b>
<b>Table des matières</b>	<b>v</b>
<b>Introduction générale</b>	<b>12</b>
<b>Chapitre I. Les mécanismes de déformation des métaux cubiques à faces centrées</b>	<b>15</b>
<b>I.1 Description microstructurale de la contrainte d'écoulement</b>	<b>16</b>
I.1.1 Les dislocations de la forêt.....	16
I.1.1.1 Les sources de Franck-Read	17
I.1.1.2 Interactions entre dislocations	17
I.1.1.2.1 Le facteur de Schmid	18
I.1.1.2.2 Interactions entre dislocations parallèles au plan de glissement	18
I.1.1.2.3 Interactions entre dislocations de la forêt	19
I.1.1.2.4 Effet d'une hétérogénéité de la densité de dislocations	20
I.1.2 L'effet Hall-Petch.....	21
I.1.2.1 Le modèle de l'empilement de dislocations	22
I.1.2.2 Le modèle du durcissement par déformation	22
I.1.2.3 Le modèle du joint de grain considéré comme une source de dislocations	22
I.1.2.4 Nouveaux développements	23
<b>I.2 L'énergie de faute d'empilement (EFE)</b>	<b>24</b>
I.2.1 La dissociation des dislocations parfaites et les fautes d'empilement .....	24
I.2.2 Evolution de l'EFE avec la température et la composition .....	27



I.2.2.1	Influence de la contrainte locale sur l'EFE effective	28
I.2.2.2	Influence de l'EFE sur les modes de déformation	30
<b>I.3</b>	<b>Les mécanismes de déformation dans les matériaux CFC à haute et moyenne énergie de faute d'empilement</b>	<b>31</b>
I.3.1	Le stade I (glissement facile).....	32
I.3.2	Le stade II (durcissement linéaire) .....	32
I.3.3	Le stade III et la réduction progressive de l'écroissage.....	34
<b>I.4</b>	<b>Les mécanismes de déformation dans les matériaux CFC à faible énergie de faute d'empilement</b>	<b>35</b>
I.4.1	Le stade I (glissement planaire simple).....	36
I.4.2	Le stade II (glissement planaire multiple).....	37
I.4.3	Le stade III (le maillage induit par la déformation et l'effet TWIP).....	37
I.4.3.1	Les modèles de germination du maillage	38
I.4.3.1.1	Le modèle polaire	39
I.4.3.1.2	Le modèle d'empilement des dislocations	39
I.4.3.2	La morphologie du maillage dans le cas des aciers TWIP à base Fe-Mn-C	40
I.4.3.3	L'effet du maillage sur les propriétés mécaniques	42
I.4.3.4	L'effet de Dynamic Strain Ageing (DSA)	44
<b>I.5</b>	<b>Transformation martensitique induite par la déformation dans l'austénite</b>	<b>44</b>
<b>Chapitre II. La diffraction des rayons X en vue de la caractérisation d'une microstructure</b>		<b>47</b>
<b>II.1 Bases générales et formalisme de la diffraction par un cristal</b>		<b>47</b>
II.1.1	Diffusion par un électron .....	48
II.1.2	Diffusion par un atome .....	48
II.1.3	Diffraction par un cristal.....	49
II.1.3.1	Définition d'un cristal	49
II.1.3.2	La loi de Bragg	49
II.1.3.3	Le facteur de structure	50
II.1.3.4	Le facteur de forme	50
II.1.4	Décomposition de l'intensité diffractée en une série de Fourier.....	51
<b>II.2 L'analyse des grandeurs caractéristiques des microstructures par la diffraction</b>		<b>54</b>
II.2.1	Analyse des effets de taille et des effets de distorsion du réseau cristallin.....	55
II.2.1.1	Tendances générales des élargissements des raies de Bragg	55
II.2.1.1.1	Effet d'une petite taille de domaine cohérent	56
II.2.1.1.2	Effet d'une distorsion du réseau	58
II.2.1.2	Analyse fine des imperfections d'un cristal	59
II.2.1.2.1	Effet d'une réduction de la taille de domaine cohérent	59
II.2.1.2.1.1	Effet d'une petite taille de domaine cohérent classique du type réduction de la taille de grain	59

II.2.1.2.1.2	Le maillage et les fautes d'empilement comme source d'élargissement des raies de diffraction dans les matériaux CFC	61
II.2.1.2.2	Analyse fine de l'effet d'une distorsion du réseau provoquée par une densité de dislocations	66
II.2.1.2.2.1	Influence du champ de contrainte sur le facteur de forme	66
II.2.1.2.2.2	Cas d'une unique dislocation vis dans un cylindre	67
II.2.1.2.2.3	Le facteur de contraste des dislocations	68
II.2.1.2.2.4	Cas d'un arrangement aléatoire des dislocations	71
II.2.1.2.2.5	Cas d'une distribution de dislocations présentant une variance élevée	73
<b>II.3</b>	<b>Méthodes de séparation des effets de taille et des effets de distorsions du réseau</b>	<b>75</b>
II.3.1	Séparation dans l'espace direct, la méthode de Warren-Averbach	75
II.3.2	Séparation dans l'espace réciproque	76
II.3.2.1	Méthode de Williamson-Hall	77
II.3.2.2	Méthode de Williamson-Hall modifiée	77
II.3.2.3	Whole powder pattern modelling (WPPM)	78
II.3.2.4	Mesures des paramètres microstructuraux par l'analyse des comportements asymptotiques ou méthode des moments	80
<b>II.4</b>	<b>Conclusion</b>	<b>83</b>
<b>Chapitre III.</b>	<b>Détails expérimentaux des mesures des profils de raies de diffraction</b>	<b>85</b>
<b>III.1</b>	<b>Description des nuances Fe-Mn-C analysées</b>	<b>85</b>
III.1.1	La nuance de laboratoire dites FeMn1000	86
III.1.2	La nuance de coulée industrielle CC3	86
III.1.3	La nuance de coulée industrielle CC6	87
III.1.4	L'EFE et les mécanismes de déformations des nuances FeMn1000, CC3 et CC6	87
<b>III.2</b>	<b>Protocole expérimental de la mesure de la diffraction sur la ligne BM02 de l'ESRF</b>	<b>88</b>
III.2.1	Préparation des échantillons	89
III.2.2	Dispositif expérimental	90
III.2.2.1	Géométrie du dispositif	90
III.2.2.2	Détecteur	91
III.2.2.3	Volume diffractant et faisceau incident	91
III.2.2.4	Élargissement instrumentale	94
III.2.3	Traitement des données	94
III.2.4	Calcul d'un profil de raie de Bragg analytique à partir de l'intensité diffractée expérimentale	95
III.2.4.1	Augmentation du nombre de point du spectre	95
III.2.4.2	Soustraction du diffus provenant de l'échantillon	95

III.2.4.3	Fonctions utilisées pour calculer les profils analytiques des données expérimentales	96
III.2.4.4	Calcul des profils.	96
III.2.4.4.1	Calcul de profils symétriques	97
III.2.4.4.2	Calcul de profils asymétriques	98
 <b>Chapitre IV. Les méthodes d'analyse de profils de raie appliquées à un acier Fe22Mn0.6C déformé à température ambiante</b>		<b>101</b>
<b>IV.1</b>	<b>Analyse dans l'espace réciproque</b>	<b>102</b>
IV.1.1	Résultats préliminaires .....	103
IV.1.2	Cas de l'échantillon non déformé .....	105
IV.1.3	Evolution de la taille de domaine et de la distorsion moyenne par la méthode de Williamson-Hall modifiée .....	106
IV.1.3.1	Evolution de la taille de domaine et de la distorsion moyenne par la méthode de Williamson-Hall modifiée sans l'anisotropie des effets de taille	107
IV.1.3.2	Etude par la méthode de Williamson-Hall modifiée des termes de distorsion et de taille anisotrope	109
IV.1.3.2.1	Les termes de distorsions par la méthode de Williamson-Hall modifiée	109
IV.1.3.2.2	Les termes de taille liés aux fautes d'empilement et au maclage par la méthode de Williamson-Hall	111
IV.1.4	Mesures de la densité apparente de fautes $\alpha$ à partir des déplacements des pics	112
IV.1.4.1	Mesures classiques de la densité apparente de fautes $\alpha$	113
IV.1.4.2	Mesures du paramètre de faute $\alpha$ avec correction du changement de masse volumique	114
IV.1.4.2.1	Vérification de l'hypothèse de la non influence des dislocations sur les positions des pics de diffraction	114
IV.1.4.2.2	Correction du changement de masse volumique induit par les dislocations sur les mesures des densités apparentes de fautes $\alpha$	115
IV.1.4.2.3	Comparaisons avec les prédictions de Velterop	118
IV.1.4.2.4	Conclusions	120
IV.1.5	Résultats par la méthode des moments .....	123
IV.1.6	Conclusions .....	128
<b>IV.2</b>	<b>Mesures des paramètres microstructuraux à partir des profils des transformées de Fourier</b>	<b>129</b>
IV.2.1	Résultats expérimentaux sur la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante .....	130
IV.2.2	Calcul des paramètres microstructuraux avec le programme MWP-fit .....	132
IV.2.3	Remarques sur les profils des transformées de Fourier et le comportement asymptotique .....	135
IV.2.3.1	Comportement asymptotique des pics de diffraction	135

IV.2.3.2	Profils des transformées de Fourier	136
<b>IV.3 Développement d'une méthode d'analyse des transformées de Fourier de l'intensité diffractée pour les matériaux à faible EFE</b>		<b>139</b>
IV.3.1	Calcul du paramètre de taille optimisé sur les transformés de Fourier .....	139
IV.3.2	Modification de la procédure .....	141
IV.3.3	Interprétations des valeurs de Z mesurées sur la nuance CC3 déformé en traction uniaxiale à température ambiante .....	143
IV.3.3.1	Interprétations du paramètre Z selon l'hypothèse du back-stress	144
IV.3.3.2	Dépendances expérimentales de Z avec S, $S\sqrt{C}$ et $W_{hkl}$	149
IV.3.3.3	Relation entre Z et les hétérogénéités de déformation élastique	151
IV.3.3.4	Comparaison entre Z et le back-stress	154
IV.3.3.5	Evolution des densités de dislocations moyennes sur la nuance CC3 avec la déformation calculées par la méthode de Wilkens et le terme d'élasticité résiduelle	155
<b>IV.4 Synthèse et conclusions</b>		<b>158</b>
<b>Chapitre V. Les mécanismes de déformation à travers l'analyse par diffraction</b>		<b>160</b>
<b>V.1 Validation de la nouvelle méthode d'analyse des profils de la transformé de Fourier de l'intensité diffractée</b>		<b>160</b>
V.1.1	Validation de l'outil à partir de mesures sur un monocristal de Cuivre .....	161
V.1.2	Comparaison des densités de joints de fautes avec les mesures de densités de joints de macles réalisées avec le programme d'indexation automatique des clichés MET	163
V.1.2.1	Dispositif expérimental et indexation automatique des clichés de diffraction	164
V.1.2.2	Résultats sur la nuance CC3 déformée à 20%	165
V.1.3	Validation des densités de dislocations mesurées par analyse des profils de raie de diffraction.....	167
V.1.3.1	Comparaison avec les mesures de densité de dislocations par pesée différentielle	167
V.1.3.2	Comparaison avec l'évolution des distances inter-réticulaires	168
V.1.3.3	Comparaison avec les observations de la microscopie électronique	170
V.1.3.4	Conclusions	170
<b>V.2 Evolution des modes de déformation des nuances CC3 et FeMn1000 lors d'une déformation à température ambiante</b>		<b>171</b>
V.2.1	Comparaisons entre la nuance CC3 issue d'une coulée industrielle avec la nuance FeMn1000 issue d'un lingot coulé en laboratoire.....	172
V.2.2	Lien entre probabilités de fautes et back-stress.....	173
V.2.3	Les mécanismes de durcissement dans les aciers TWIP mesurés par diffraction .....	177
<b>V.3 La microstructure des composantes de texture étudiée par diffraction des rayons X</b>		<b>178</b>
V.3.1	Evolution de la texture avec le niveau de déformation en traction à température ambiante.....	179

V.3.1.1	Evolution de la texture avec le niveau de déformation en traction à température ambiante pour la nuance FeMn1000	180
V.3.1.2	Evolution de la texture avec le niveau de déformation en traction à température ambiante pour la nuance CC3	180
V.3.2	Les modes de déformation des composantes cuivre et laiton tournée des nuances CC3 et FeMn1000 après traction.....	182
<b>V.4</b>	<b>Conclusions</b>	<b>183</b>
 <b>Chapitre VI. Influence de la température sur les aciers Fe22Mn0.6C</b>		<b>185</b>
<b>VI.1</b>	<b>Effets de la restauration sur les aciers TWIP Fe-Mn-C</b>	<b>185</b>
VI.1.1	Choix des températures et des temps de recuit de la nuance CC3 après déformation .....	186
VI.1.2	Evolution de la contrainte d'écoulement et de l'allongement à rupture avec un recuit de restauration sur la nuance CC6.....	187
VI.1.2.1	Nuances analysées	188
VI.1.2.2	Résultats	188
VI.1.2.3	Conclusions	189
VI.1.3	Evolutions des paramètres microstructuraux mesurés par diffraction X sur la nuance CC3 avec la restauration .....	189
VI.1.4	Conclusions.....	193
<b>VI.2</b>	<b>Influence de la température de déformation sur les modes de déformation d'un acier Fe22Mn0.6C</b>	<b>194</b>
VI.2.1.1	Mesures de la teneur en martensite epsilon en fonction de la température de déformation	196
VI.2.1.1.1	Méthodologie	196
VI.2.1.1.2	Résultats	197
VI.2.1.2	Les mécanismes de durcissement structuraux de la nuance Fe22Mn0.6C déformée à différentes températures	199
VI.2.1.3	Conclusions	202
VI.2.2	Conclusions.....	202
<b>Conclusions</b>		<b>205</b>
<b>Perspectives</b>		<b>207</b>
<b>Bibliographie</b>		<b>211</b>
<b>Annexes</b>		<b>221</b>
<b>annexe A</b>	<b>Termes dépendant de hkl déterminant le contraste des fautes et des macles</b>	<b>223</b>

<b>annexe B Détermination des constantes élastiques <math>c_{11}</math>, <math>c_{12}</math> et <math>c_{44}</math> dans les aciers TWIP Fe22Mn0.6C</b>	<b>229</b>
<b>annexe C L'analyse des images et les différentes corrections</b>	<b>232</b>
<b>C.1 La mesure de la croix</b>	<b>232</b>
<b>C.2 Corrections de BM2IMG</b>	<b>234</b>
<b>C.3 Conversion des pixels en angles <math>2\theta</math> et corrections d'intensité</b>	<b>235</b>
<b>annexe D Résultats mesures de <math>\sigma_{0.2}</math> et de l'allongement à rupture après restauration sur la nuance CC6</b>	<b>238</b>

## Introduction générale

La sélection d'un matériau est bien souvent le résultat d'un compromis entre plusieurs propriétés. Un des compromis les plus importants est celui entre la ductilité, nécessaire à la mise en forme, et la résistance mécanique, déterminant le niveau de tenue en service. Les aciers austénitiques basés sur le système Fe-Mn-C présentent un compromis résistance mécanique / ductilité particulièrement prometteur en terme de développement industriel.

Ces propriétés des aciers austénitiques Fe-Mn-C proviennent de leur mode particulier de déformation, basé à la fois sur le glissement des dislocations et un maclage intense. L'association de ces deux modes de déformation aboutit à la combinaison d'un fort taux d'écroutissage, d'un allongement et d'une contrainte à rupture élevés. On parle alors d'aciers TWIP (TWinning Induced Plasticity).

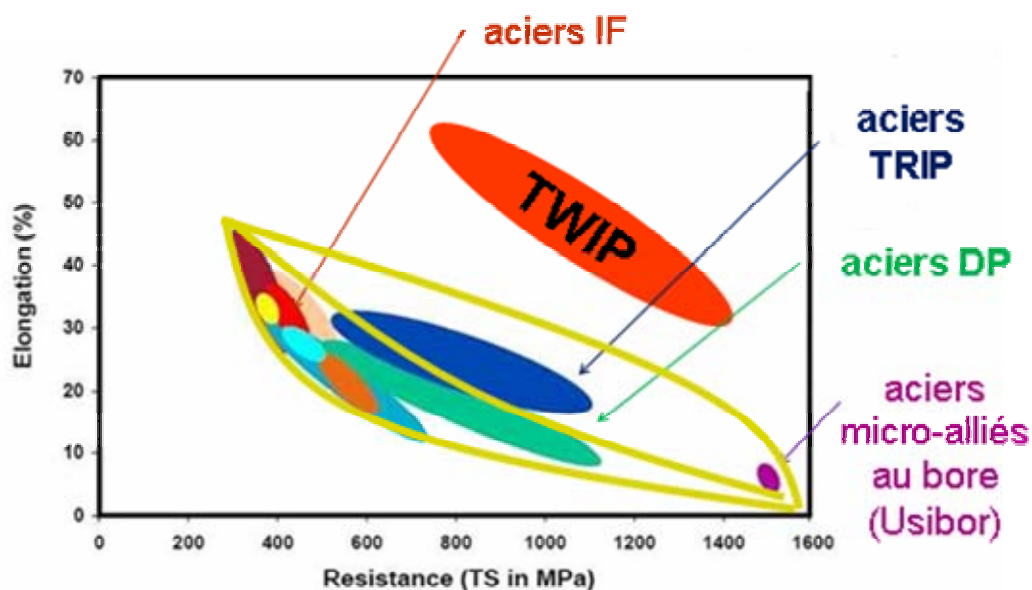


Fig.1 : Compromis allongement/rupture en traction uniaxiale pour différentes familles d'aciers

ArcelorMittal a mis au point un acier de ce type, le X-IP 1000, pour le marché de l'industrie automobile (figure 1). Le X-IP 1000 permet de mettre en forme des pièces complexes à partir de tôles minces par simple emboutissage. Le fort taux d'écrouissage assure une bonne tenue en service avec un minimum de matière pour l'allègement du véhicule. Le potentiel de déformation résiduelle à très haut niveau de contrainte constitue une réponse face aux exigences de sécurité mise en évidence lors de crash tests.

Pour optimiser la composition et le procédé d'élaboration de ces aciers il est nécessaire de quantifier avec précision les différents paramètres intervenant lors de la mise en forme du matériau et déterminant les propriétés mécaniques finales. Une caractérisation fine de la microstructure de l'alliage est donc indispensable pour la compréhension et l'optimisation des mécanismes de déformation.

La microscopie électronique à transmission donne des informations locales sur la microstructure mais ne permet pas d'obtenir des informations statistiques satisfaisantes.

La caractérisation par microscopie électronique à balayage dans son mode diffraction (EBSD) apporte des renseignements plus globaux sur la microstructure. La taille moyenne de grain, la texture ou la microstructure de maillage peuvent être déterminées. Toutefois, la caractérisation quantitative est limitée par la résolution des appareils. Elle empêche généralement d'analyser des objets dont la taille caractéristique est inférieure à 50nm. De plus, les mesures réalisées par cette méthode, sont en deux dimensions et non pas en volume. Enfin, il est impossible de déterminer l'état de contrainte du matériau, la technique EBSD ne pouvant fournir d'informations sur la densité de dislocations et sur leur(s) arrangement(s) ou sur les contraintes internes.

Compte-tenu de ces limites, la diffraction des rayons X est naturellement apparue comme une technique avantageuse à exploiter. En effet, elle constitue une des méthodes de caractérisation les plus polyvalentes. Cette méthode d'analyse indirecte non destructive donne accès à des informations sur l'état du matériau moyennées sur un volume assez important. Il est possible de quantifier la fraction des phases présentes dans un matériau à partir d'un diagramme de diffraction X. L'analyse de la largeur des pics de diffraction permet de déterminer la largeur de domaine cristallographiquement cohérent. Cette notion de domaine cohérent peut-être reliée à la taille de grain mais aussi, dans notre cas, à la microstructure de maillage. Il est même possible d'obtenir à l'aide d'une analyse des profils de raie de diffraction, une mesure de la densité de dislocations moyenne.



Toute la complexité de l'analyse de la microstructure des aciers TWIP réside dans la séparation des effets du maillage et des dislocations et d'autres effets tels que les fautes d'empilements et les contraintes internes. De fait, il est difficile d'interpréter les spectres de diffraction de matériaux présentant tous ces effets. L'objet de cette étude est de connaître de manière quantitative ces paramètres afin d'obtenir une description précise de l'origine physique de la contrainte d'écoulement dans les aciers TWIP FeMnC.

Pour parvenir à quantifier ces deux phénomènes, les mécanismes de la déformation des métaux cubiques à faces centrées seront présentés en s'attachant particulièrement aux spécificités des aciers TWIP FeMnC. On rappellera ensuite les mécanismes physiques de la diffraction et leurs applications dans la caractérisation des microstructures au travers des différentes méthodes d'analyse de profils de raie. Nous exposerons ensuite les détails expérimentaux de nos mesures par diffraction avant de présenter une série d'approches, appliquée à nos aciers TWIP et à un échantillon de référence (un monocristal de cuivre maillé). Nous débuterons par l'approche la plus classique de l'analyse des profils de raie et en finissant par la méthode la plus complète existant à l'heure actuelle. C'est cette dernière méthode, modifiée en vue de répondre à la spécificité du glissement planaire des dislocations, qui nous permettra de présenter une analyse quantitative des densités de dislocations, du maillage ainsi que des hétérogénéités de déformation élastique. Nous appliquerons enfin notre méthode d'analyse pour préciser l'influence de la restauration et de la température de déformation sur ces grandeurs.

# Chapitre I. Les mécanismes de déformation des métaux cubiques à faces centrées

Les aciers austénitiques TWIP (pour TWin Induced Plasticity) ont une structure cubique à faces centrées (CFC). Les plans compacts  $\{111\}$  s'organisent suivant un empilement ABCABC. Pour obtenir un empilement compact il faut placer les couches atomiques suivant des plans successifs dont les sommets des atomes sont au-dessus d'un creux entre trois autres du niveau inférieur.

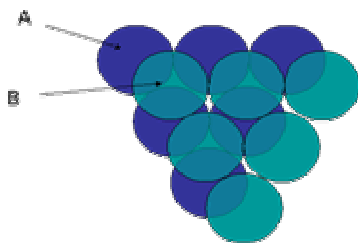


Fig. I.2 : Empilement compact de deux couches atomiques successives

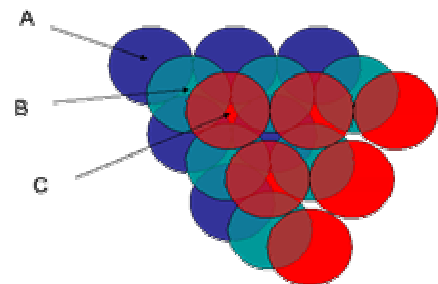


Fig. I.3 : Empilement compact de trois couches atomiques successives

Pour les deux premières couches atomiques, il y a deux possibilités équivalentes (figure I.2) mais pour la couche suivante, deux possibilités différentes sont offertes.

On place la couche C au-dessus des creux inoccupés de la couche A et on obtient alors la structure CFC caractérisé par l'empilement ABCABC (figure I.3) qui correspond à la structure de l'austénite.

On place cette couche de façon identique à la couche A, on obtient alors une structure hexagonale compacte (ABABA). Cette structure correspond, dans le cas des aciers austénitiques, à la phase martensitique  $\epsilon$  qui peut se former par déstabilisation de l'austénite. Il existe un autre type de martensite, la martensite  $\alpha'$ , de structure

tétragonale centrée (presque cubique centrée), qui peut se former soit à partir de l'austénite soit à partir de la martensite  $\epsilon$ .

Nous allons nous focaliser dans ce chapitre sur les modes de déformation des cristaux CFC, qui présentent un empilement compact (comme les hexagonaux) et de très importantes symétries de réseaux. Dans certains matériaux CFC, comme les aciers TWIP du type X-IP 1000, la déformation plastique va induire une perturbation de l'arrangement standard ABCABC. Ce phénomène est gouverné par l'énergie de faute d'empilement pour laquelle nous utiliserons l'abréviation EFE.

Une synthèse bibliographique exposera les mécanismes de déformation des métaux CFC. L'énergie de faute d'empilement, paramètre fondamental dans les aciers TWIP sera définie. On distinguera ensuite deux grandes classes de métaux CFC : les matériaux à haute et moyenne énergie de faute d'empilement, et les matériaux à faible énergie de faute d'empilement (c'est-à-dire dont l'EFE est inférieure à environ  $35\text{mJm}^{-2}$  (Coco *et al.*, 2008)). Les premiers présentent des mécanismes de déformation dit « classiques » et seront abordés dans un premier temps. Ils permettront de mieux comprendre les mécanismes de déformation des seconds, en particuliers les aciers TWIP. Avant cela, les mécanismes de durcissement structural les plus courants seront exposés.

## I.1 Description microstructurale de la contrainte d'écoulement

Dans cette approche nous ne ferons pas de distinction entre la contrainte d'écoulement, qui est la contrainte nécessaire pour engendrer une déformation plastique, et la limite élastique qui est la contrainte d'écoulement d'un matériau encore vierge de toute déformation. Les mécanismes de durcissement se classent en quatre catégories. La première, le durcissement lié aux dislocations selon le modèle de la forêt est généralement à l'origine de l'écrouissage. La deuxième, l'effet de la taille de domaine, ou effet Hall-Petch, relie la taille caractéristique de la microstructure (la taille de grain, de sous grain ou la distance entre joints de macles par exemple) à la contrainte d'écoulement. Les deux autres phénomènes de durcissement, que sont l'effet des solutés ou « dynamic strain aging » et la précipitation, ne seront pas traités dans cette revue bibliographique.

### I.1.1 Les dislocations de la forêt

La déformation plastique dans les matériaux CFC résulte pour la plus grande partie du déplacement de défauts cristallins : les dislocations. Les dislocations sont à la fois à l'origine de la déformation mais expliquent aussi en grande partie l'écrouissage

d'un matériau que l'on déforme, c'est-à-dire sa capacité à durcir au cours de la déformation.

### I.1.1.1 Les sources de Franck-Read

La densité initiale de dislocations dans un acier recristallisé est de l'ordre de  $10^8$  à  $10^{12} \text{ m}^{-2}$ . De telles densités ne peuvent expliquer la déformation plastique. Il est, en effet, nécessaire de multiplier les dislocations dans le matériau afin d'assurer celle-ci. Le mécanisme le plus simple pour cela est celui de Franck et Read. Si on suppose une dislocation ancrée sur deux points A et B distant de  $L$ , la contrainte de cisaillement nécessaire à l'activation de la source est liée à  $\mu$  le module de cisaillement et  $b$  le module du vecteur de Burgers :  $\tau = \frac{\mu b}{L}$  (figure I.4).

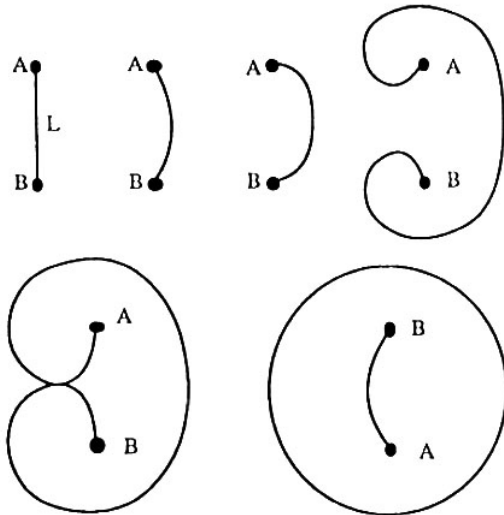


Fig. I.4 : Source de Franck et Read. La dislocation est soumise à une force par unité de longueur croissante  $\tau b$  (François *et al.*, 1991b)

### I.1.1.2 Interactions entre dislocations

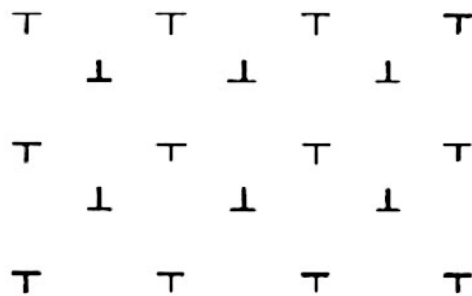


Fig. I.5 : Réseau de Taylor

Avant de chercher à caractériser les interactions entre dislocations, nous devons utiliser un modèle de répartition de celles-ci dans le cristal. Le modèle le plus simple est celui de Taylor. Il suppose une répartition régulière des dislocations sur chaque plan de glissement (figure I.5). Avec ce modèle, et si l'on suppose que les

systèmes de glissement ont la même quantité de dislocations chacun, la distance entre dislocations est alors égale à  $\frac{1}{\sqrt{\rho}}$  (avec  $\rho$  la densité de dislocations).

#### I.1.1.2.1 Le facteur de Schmid

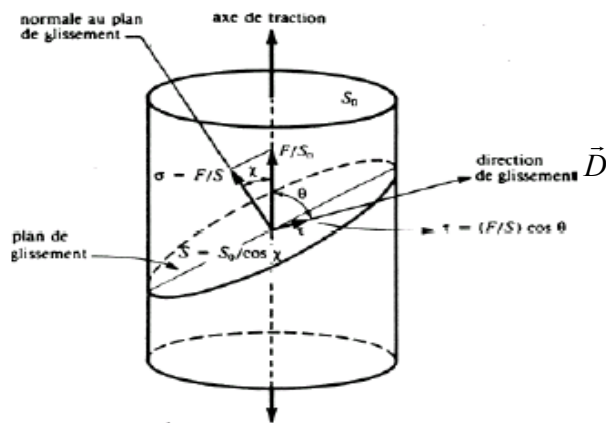


Fig. I.6 : Loi de Schmid

Avant de déterminer la nature des interactions entre dislocations et leur influence sur la contrainte d'écoulement globale on doit s'intéresser à la relation entre la contrainte résolue,  $\tau$ , et la contrainte  $\sigma$ , c'est-à-dire le facteur de Schmid.  $\tau$  est l'état de la contrainte dans un système de glissement, défini par la direction  $\vec{D}$  et le plan de glissement  $S$ . On appelle  $\tau$  la contrainte résolue.

On peut écrire  $\tau$  comme la projection de  $\vec{F}$  sur la direction de glissement divisée par la surface du plan de glissement (figure I.6). On a alors :  $\tau = \sigma (\cos\chi \cdot \cos\theta)$

Avec  $\theta$  l'angle entre la direction de glissement et la direction définie par  $\vec{F}$  et  $\chi$  l'angle entre la normale au plan de glissement et la direction définie par  $\vec{F}$ . Cette relation correspond à la loi de Schmid. Le terme  $\cos\chi \cdot \cos\theta$  est le facteur de Schmid reliant  $\sigma$  et  $\tau$  pour un système de glissement donné. Pour une dislocation isolée dans un monocristal, le système de glissement (défini par le plan et la direction de glissement) activé est celui pour lequel le facteur de Schmid est maximal.

#### I.1.1.2.2 Interactions entre dislocations parallèles au plan de glissement

Les dislocations émettent des champs de contrainte qui peuvent interagir avec d'autres champs de contrainte du cristal. En particulier, les dislocations voisines exercent des forces les unes sur les autres.

Dans le cas des dislocations vis, la contrainte résolue provenant des dislocations parallèles au plan de glissement est de l'ordre de  $\tau = \frac{\mu b}{2\pi L} = \frac{\mu b}{2\pi} \sqrt{\rho}$ ,  $b$  est la norme du vecteur de Burgers,  $\mu$  est le module de cisaillement et  $L$  est la distance entre les points d'ancrage de la dislocation (François *et al.*, 1991a).

Pour les dislocations coins, elle est de l'ordre de  $\tau = \frac{\mu b}{8\pi(1-\nu)} \sqrt{\rho}$ ,  $\nu$  est le coefficient de Poisson.

### I.1.1.2.3 Interactions entre dislocations de la forêt

En se basant sur le modèle de Taylor, on peut calculer la contrainte critique nécessaire à une dislocation pour franchir le réseau de dislocations sécantes à son plan de glissement.

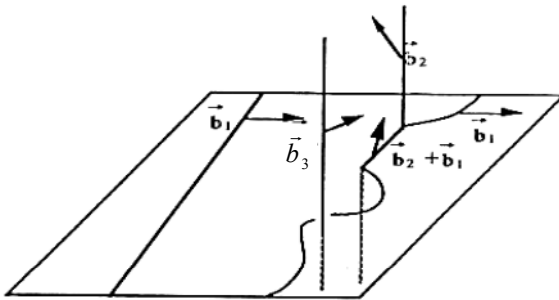


Fig. I.7 : Jonctions répulsives entre deux dislocations de vecteurs de Burgers  $\vec{b}_1$  et  $\vec{b}_2$ , de plans de glissement sécants. Et jonctions attractives entre la dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{b}_1$  et une dislocation de vecteur de Burgers  $\vec{b}_3$  parallèle à la dislocation  $\vec{b}_2$

Deux cas sont alors possibles : dans un cas, l'interaction est attractive car  $\vec{b}_1 \cdot \vec{b}_2 < 0$ , ou alors dans le second cas, l'interaction est répulsive. Quand l'interaction est attractive, les dislocations peuvent se combiner (figure I.7) et former une source de Franck-Read. La distance entre les points d'ancrage de la dislocation est de  $2l$  avec  $l$  la distance entre dislocations du réseau de Taylor.

La contrainte résolue qu'il faut appliquer pour activer cette source de Franck-Read est alors :

$$\tau = \frac{\mu b}{2l} = \frac{1}{2} \mu b \sqrt{\rho}$$

En réalité, les jonctions attractives sont rompues pour une contrainte plus faible de l'ordre de  $\tau = \alpha \mu b \sqrt{\rho}$  avec  $\alpha = 0.4$  pour les métaux cubiques à faces centrées.

Le franchissement des jonctions répulsives est négligeable par rapport aux jonctions attractives. Pour les jonctions répulsives, en estimant à  $3b$  la distance d'interaction, on calcule une contrainte de franchissement de :  $\tau = \frac{\mu b}{30} \sqrt{\rho}$ .

Les calculs précédents sont valables dans les monocristaux ou si l'on considère la contrainte de cisaillement. Dans les polycristaux c'est la contrainte macroscopique qui est accessible. Celle-ci vaut :

$$\sigma = \alpha F_t \mu b \sqrt{\rho} \quad (1.1)$$

$\alpha = 0.3$  et  $F_t$ , le facteur de Taylor, est relié à la texture de l'échantillon et est égal à 3.06 dans le cas des CFC non texturés,  $\mu$  est le module de cisaillement et  $b$  le vecteur de Burgers.

#### I.1.1.2.4 Effet d'une hétérogénéité de la densité de dislocations

Pour évaluer l'influence d'une hétérogénéité de distribution de dislocations on se basera sur un modèle composite de type cellules de dislocations. Dans le cas des cellules de dislocations, les murs de dislocations présentent de fortes densités de dislocations et l'intérieur des cellules ont, au contraire, de faibles densités de dislocations. On supposera que les murs et l'intérieur des cellules peuvent être décrits avec deux réseaux de Taylor. On a alors :

$$\sigma = f_{paroi} \sigma_{paroi} + f_{cel} \sigma_{cel}, \text{ soit :}$$
$$\sigma = \alpha F_t \mu b \left\{ f_{paroi} \sqrt{\rho_{paroi}} + f_{cel} \sqrt{\rho_{cel}} \right\}$$

Par exemple si 90% du volume du cristal présente une densité de dislocations de seulement 10% de la valeur moyenne, alors le volume restant présente une densité de dislocations d'environ 9 fois la densité moyenne. La contrainte d'écoulement est ainsi réduite de plus de 60% par rapport à un matériau ayant une même densité de dislocations mais réparties de manière homogène.

L'hétérogénéité de la distribution des dislocations est à l'origine d'un d'écrouissage cinématique. Si après une pré-déformation en traction, on applique une contrainte en compression on atteindra la plasticité pour une valeur absolue inférieure de la contrainte d'écoulement (figure I.8). Ce phénomène peut s'expliquer par la différence de contrainte entre les zones à forte densité de dislocations et celles à faible densité  $\Delta\sigma = \alpha F_t \mu b \left\{ f_{paroi} \sqrt{\rho_{paroi}} - f_{cel} \sqrt{\rho_{cel}} \right\}$ . Lorsque le matériau subit une traction, des zones se voient imposer une contrainte en compression. Ce sont ces zones qui plastifient en premier si on applique ensuite une compression.

La contrainte effective,  $\sigma_e$ , en traction, est relié à la contrainte appliquée avec :

$$\sigma = \sigma_e + \Delta\sigma$$

Mais en compression cette relation devient :

$\sigma = \sigma_e - \Delta\sigma$ . La contrainte d'écoulement en compression est inférieure (en valeur absolue) à la contrainte d'écoulement en traction.

$\Delta\sigma$  est dite contrainte de back-stress.

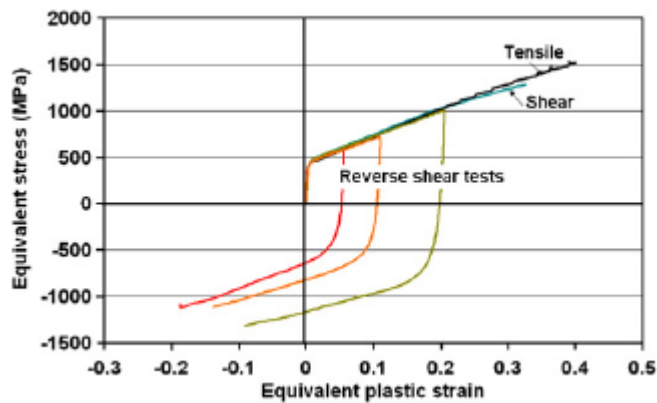


Fig. I.8 : Phénomène de back-stress pour une nuance Fe22Mn0.6C (Bouaziz *et al.*, 2008)

### I.1.2 L'effet Hall-Petch

L'effet Hall-Petch est le phénomène qui relie la taille de grain à la limite élastique. Il fournit la relation ci-dessous :

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} \quad (I.2)$$

où  $\sigma_0$  est liée à la friction du réseau et correspond à la limite élastique dans le cas d'une taille de grain infinie.  $d$  est la taille de grain et  $k$  est une constante qui caractérise l'efficacité du durcissement lié à la taille de grain.

Cette relation est connue depuis plus d'un demi-siècle (Hall, 1951, Petch, 1953). Pourtant, il n'existe pas de théorie unifiée pour expliquer l'origine physique du phénomène et prédire les valeurs de  $k$ . Il existe trois principales théories sur l'origine de l'effet Hall-Petch. Le modèle de l'empilement des dislocations (Hall, 1951, Petch, 1953, Armstrong *et al.*, 1962, Koehler, 1952, Cottrell, 1953), celui basé sur le durcissement par déformation (work-hardening) (Conrad, 1963, Conrad *et al.*, 1967, Johnson, 1962) et le modèle du joint de grain comme source de dislocations (Li & Chou, 1970, Crussard, 1963).



### **I.1.2.1 Le modèle de l'empilement de dislocations**

Il s'agit du premier modèle développé par Hall et Petch (Hall, 1951, Petch, 1953). Ils considèrent que lors de la mise sous contrainte d'un matériau, un empilement de dislocations se forme aux joints de grains. La contrainte locale en tête d'empilement  $\sigma$  est proportionnelle au nombre de dislocations  $n$  de l'empilement. Cette contrainte finit par atteindre un niveau qui active une source de dislocations dans le grain adjacent ; c'est le début de la déformation plastique irréversible. Le principal défaut de cette théorie est qu'elle nécessite la présence d'empilements de dislocations ce qui est caractéristique d'un mode particulier de déformation, le glissement planaire des dislocations. Or, la relation de Hall-Petch est valable y compris dans les matériaux où il n'y a pas de glissement planaire, en particulier les matériaux cubiques centrés.

### **I.1.2.2 Le modèle du durcissement par déformation**

Pour expliquer l'aspect général de la relation de Hall-Petch, le modèle du durcissement par déformation suppose que la relation de Hall-Petch est une simple extension de la théorie du durcissement par les dislocations de la forêt.

Le modèle du durcissement par déformation suppose que la densité de dislocations nécessaire pour entrer dans le domaine plastique dépend de la taille de grain. Cette densité évolue en  $1/d$ . On retrouve alors la relation de Hall-Petch :

$$\sigma_{0.2} = \sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}} = \sigma_0 + \alpha F_t \mu b \sqrt{\rho}$$

Cette théorie a pour principal avantage d'être en accord avec le modèle des dislocations géométriquement nécessaires (Ashby, 1970). Ashby a démontré que des dislocations géométriquement nécessaires contrôlaient le mécanisme de durcissement en créant des obstacles au glissement des dislocations mobiles et des contraintes internes à longue distance. La densité de ce type de dislocations a été observée comme étant proportionnelle à l'inverse de la taille caractéristique du matériau, c'est-à-dire bien souvent la taille de grain.

### **I.1.2.3 Le modèle du joint de grain considéré comme une source de dislocations**

Le modèle du durcissement par déformation implique une relation linéaire entre la contrainte d'écoulement et la racine de la densité de dislocations  $\sigma \propto \sqrt{\rho}$ . Or cette relation n'est pas un principe général (Carreker Jr & Hibbard Jr, 1953).

Le modèle du joint de grain, considéré comme une source de dislocations se contente d'affirmer que la relation de Hall-Petch dérive de la capacité qu'a un joint de grain à émettre des dislocations. On évite ainsi d'avoir à introduire la notion de

déformation. On peut mettre en évidence l'influence de la structure et de la composition des joints de grains sur le paramètre  $k$  de la relation entre taille de grain et limite élastique.

#### **I.1.2.4 Nouveaux développements**

La relation de Hall-Petch, quel que soit le modèle, prédit une limite élastique extrêmement élevée pour les matériaux à grains nanométriques. Pourtant de nombreuses observations (Thompson, 1975, Lo *et al.*, 1979, Chokshi *et al.*, 1989, Nieman *et al.*, 1989, Nieh & Wadsworth, 1991) contredisent cette prédiction. En effet la limite élastique augmente comme  $1/\sqrt{d}$  donc si  $d$  tend vers 0 la limite élastique tend vers l'infini. On constate expérimentalement que ce n'est pas le cas, en dessous d'une taille de grain critique, la relation de Hall-Petch n'est plus valide ; il y a rupture de la relation linéaire entre  $\sigma_{0.2}$  et  $1/\sqrt{d}$ . En dessous de cette taille critique,  $\sigma_{0.2}$  diminue lorsque  $1/\sqrt{d}$  augmente. Ce phénomène s'explique par le changement du mode de déformation. Avec une taille de grain sub-micronique, la déformation se déroule principalement dans le grain. Avec une taille de grain nanométrique, la déformation a lieu principalement dans le joint de grain (Ashby & Verrall, 1973, Takeuchi, 2001, Van Swygenhoven *et al.*, 1999). Il s'agit du phénomène de superplasticité ou fluage intergranulaire.

Récemment des mesures par émission acoustique dans la glace (Richeton, 2006) ont mis en évidence le rôle fondamental du comportement collectif des dislocations dans les mécanismes de déformation, et en particulier, dans le niveau de contrainte nécessaire pour amorcer la déformation plastique. Quel que soit le mécanisme de déformation activé (empilement de dislocations, dislocations de la forêt ou sources de dislocations au joint de grain), leur comportement collectif joue un rôle prépondérant dans le niveau de la limite élastique ou de la contrainte d'écoulement (Louchet & Lebyodkin, 1997).

Dans la théorie de Hall-Petch, les deux premiers modèles présentés (le modèle de l'empilement de dislocations et le modèle du durcissement par déformation) supposent chacun une répartition particulière des dislocations. La répartition est en effet commandée par le mode de glissement des dislocations. Pour un glissement planaire, on obtiendra des empilements de dislocations, et pour le glissement dévié, les dislocations peuvent s'organiser en des enchevêtrements dans un réseau comparable, en première approximation, au réseau de Taylor. Le paramètre principal, pour les CFC, qui commande le type de glissement activé est l'énergie de faute d'empilement ou EFE que nous allons préciser. Dans les matériaux cubiques centrés, seules la température et la vitesse de déformation déterminent le type de glissement.

## I.2 L'énergie de faute d'empilement (EFE)

En introduction de ce chapitre, nous avons vu que pour conserver le caractère compact dans un cristal, les couches atomiques devaient correspondre soit à une structure ABABAB (structure hexagonale), soit à une structure ABCABCABC (structure CFC). Une faute d'empilement dans un cristal CFC correspond donc à un empilement qui est localement de type ABA. Dans les métaux, c'est généralement la dissociation des dislocations parfaites qui engendre les fautes d'empilement.

### I.2.1 La dissociation des dislocations parfaites et les fautes d'empilement

Les vecteurs de Burgers des cristaux ne peuvent pas prendre des valeurs quelconques. En effet, le déplacement des dislocations doit rétablir la périodicité du réseau (figure I.9). Les dislocations parfaites dans les CFC ont un vecteur de Burgers correspondant à la plus petite périodicité de ce réseau soit la distance interatomique  $a/2\langle 110 \rangle$  où  $a$  est le paramètre de maille. Cette direction correspond à la direction dense. Ces dislocations glissent dans les plans denses  $\{111\}$ . Pour réduire leur énergie, elles peuvent se dissocier et former des dislocations partielles, dites de Shockley. La dissociation permet généralement d'obtenir deux dislocations de type  $a/6\langle 121 \rangle$ . Par exemple :

$$\frac{a}{2}[\bar{1}10] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}2\bar{1}] + \frac{a}{6}[\bar{2}11] \quad (I.3)$$

$$\vec{b}_1 \rightarrow \vec{b}_2 + \vec{b}_3$$

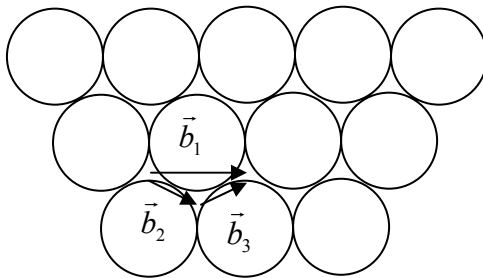


Fig. I.9 : Dissociation d'une dislocation parfaite  $\vec{b}_1$  en deux dislocations de Shockley  $\vec{b}_2$  et  $\vec{b}_3$ , relation avec l'empilement ABC

L'énergie de ligne d'une dislocation est proportionnelle au carré de son vecteur de Burgers. De ce point de vue, la dissociation d'une dislocation parfaite suivant l'équation I.3 est énergétiquement favorable :

$$\frac{a^2}{2} > \frac{a^2}{6} + \frac{a^2}{6}$$

Cependant, cette dissociation engendre une bande de faute d'empilement puisque le vecteur de Burgers de chaque partielle ne correspondent pas à la périodicité du réseau (figure I.9). Dans le cas de la dissociation d'une dislocation, ce

défaut d'empilement est limité à la distance entre les deux dislocations partielles. On dit alors que l'on a un ruban de défaut entre les partielles (figure I.10).

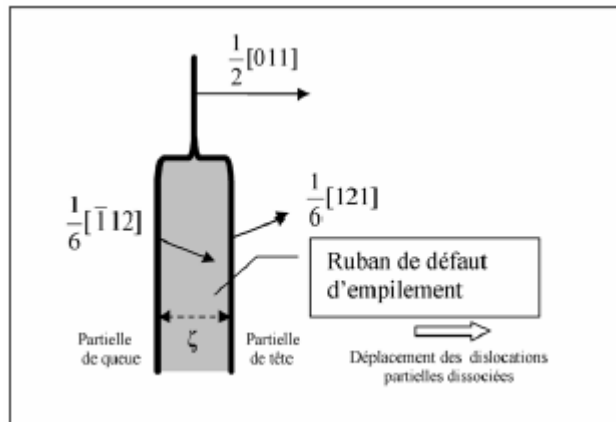


Fig. I.10 : Dissociation d'une dislocation parfaite de type coin en deux dislocations partielles (Weertman, 1970)

Il y a deux configurations possibles de faute, la faute intrinsèque et la faute extrinsèque (figure I.11). La faute intrinsèque correspond localement à un empilement hexagonal sur trois plans. Dans le cas de la faute extrinsèque, il y a une succession de deux empilements hexagonaux. Pour cette raison, on appelle aussi la faute intrinsèque, faute simple, et la faute extrinsèque ou faute double.

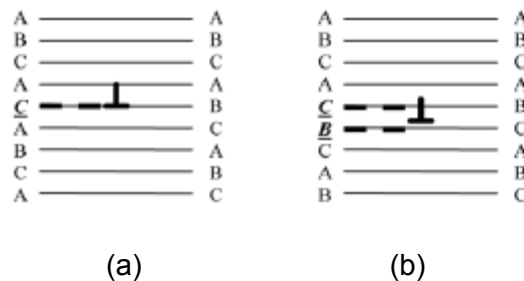


Fig. I.11 : Représentation schématique d'une faute intrinsèque (a) et extrinsèque (b) (ALLAIN, 2004)

La création d'un empilement hexagonal compact même localement est énergétiquement défavorable. Cette énergie supplémentaire est directement proportionnelle à la distance entre partielles (soit la largeur de ruban).

$\Gamma$  est définie comme l'EFE par unité de surface de défaut (Weertman, 1970). Une valeur faible de l'énergie de faute d'empilement correspond à une relative stabilisation thermodynamique de la phase hexagonale compacte (phase  $\epsilon$ ) vis-à-vis de la phase CFC (Hirth, 1970, ALLAIN, 2004). Cette stabilisation passe par une diminution de l'enthalpie libre de formation de la phase  $\epsilon$  ( $G^\epsilon$ ) par rapport à la phase

austénitique  $\gamma$  ( $G^\gamma$ ). On peut considérer que l'EFE est proportionnelle à la différence d'enthalpie libre entre la phase  $\gamma$  et la phase  $\varepsilon$  :

$$\Gamma = 2\Sigma\Delta G^{\gamma\rightarrow\varepsilon} + 2\sigma \quad (1.4)$$

avec :

$$\Sigma = \frac{4}{\sqrt{3}} \frac{1}{a^2 N_A} : \text{la densité surfacique molaire d'atomes dans les plans (111)}$$

$N_A$  : le nombre d'Avogadro ( $6.023 \cdot 10^{23} \text{ mol}^{-1}$ )

$\sigma$  : l'énergie d'interface entre la phase  $\gamma$  et la phase  $\varepsilon$

$a$  : le paramètre de maille de la phase CFC

Cette équation permet de définir la stabilité de la phase cubique à faces centrées par rapport à la phase hexagonale. Il faut cependant considérer que l'EFE définie par l'équation 1.4 correspond au cas d'un cristal infini. A ce terme intrinsèque s'ajoute un terme dépendant de la taille du cristal et des éventuelles contraintes appliquées.

$$\Gamma^* = \Gamma^\infty + 2 \frac{a}{\sqrt{3}} \Delta G_S \quad (1.5)$$

avec:

$\Gamma^*$  : l'énergie de faute d'empilement effective par unité de surface

$\Gamma^\infty$  : l'énergie de faute d'empilement intrinsèque par unité de surface

$\Delta G_S$ : le terme dépendant de la taille du cristal et de l'état de contrainte

L'énergie de faute d'empilement effective est un paramètre qui permet de calculer directement la distance de dissociation des dislocations partielles  $\zeta$ .  $\zeta$  est inversement proportionnelle à l'EFE effective. Plus l'EFE effective est faible est plus les dislocations sont dissociées. Cette distance de dissociation est égale en première approximation (Friedel, 1964) à :

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

où  $\mu$  est le module cisaillement et  $b_{112}$  la norme du vecteur de Burgers des partielles de Shockley.

## I.2.2 Evolution de l'EFE avec la température et la composition

Comme rappelé au paragraphe I.2.1 avec l'équation I.4, l'EFE présente une relation affine avec l'enthalpie libre de transformation  $\gamma \rightarrow \epsilon$ .

$$\Gamma = 2\Sigma\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon} + 2\sigma$$

Cette enthalpie  $\Delta G^{\gamma \rightarrow \epsilon}$  est fonction de la température et de la composition.

Dans le cas des aciers austénitiques Fe-Mn-C, l'influence de la composition des aciers austénitiques en manganèse et en carbone a fait l'objet de nombreuses études. Elle comprend un terme magnétique (Cotes *et al.*, 1998, Huang, 1989) et un terme chimique (Dinsdale, 1991, Li & Hsu, 1997, Baruj *et al.*, 1996, Miodownik, 1998). En se basant sur les données de la littérature concernant la partie magnétique et chimique de l'enthalpie libre (Adler & Wagner, 1962) un modèle empirique (ALLAIN, 2004) a été développé. Ce modèle décrit l'influence de plusieurs éléments d'addition sur l'EFE et donne de bons résultats en particulier dans le cas de l'aluminium, du chrome, du carbone et du manganèse. Il ne décrit cependant pas correctement l'influence du silicium sur l'EFE.

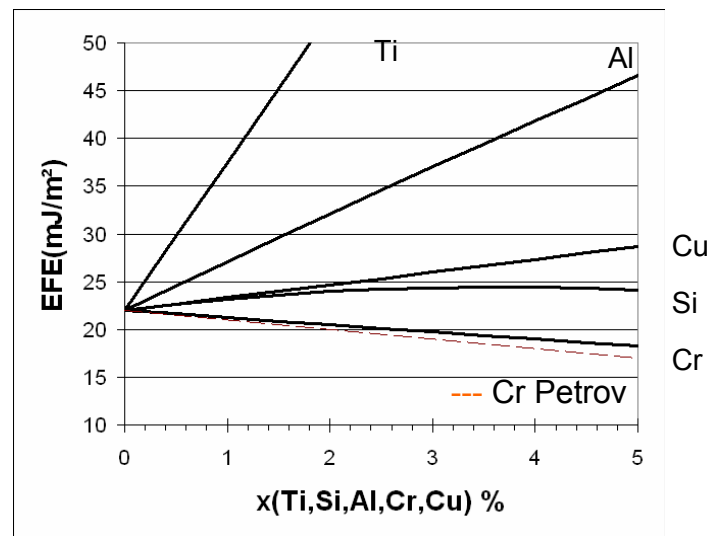


Fig. I.12 : Influence de la teneur (massique) en éléments d'alliage sur l'EFE à température ambiante d'un acier quaternaire contenant 22%Mn et 0,6%C, calculée par le modèle thermochimique à température ambiante (Dumay, 2008). L'EFE du chrome a été déterminée par Petrov par spectrométrie de perte d'énergie des électrons (EELS (Petrov, 2003)

De la même façon l'influence de la température sur l'EFE a fait l'objet de nombreuses recherches (Schumann, 1972, Remy & Pineau, 1976, Li & Hsu, 1997, Tomota *et al.*, 1986, Dinsdale, 1991, Tomota *et al.*, 1998, Shun *et al.*, 1992, Choi *et al.*, 1999, Chen *et al.*, 1999). Ces données ont été compilées (ALLAIN, 2004) et incorporées dans un modèle thermochimique (ALLAIN, 2004, Dumay, 2008). Ce

modèle permet de déterminer l'évolution de l'EFE avec la température et la teneur en éléments d'addition sur la base du système Fe-Mn. Les résultats du modèle thermochimique sont en très bon accord avec les mesures effectuées sur l'EFE (figure I.13).

On peut voir l'influence de l'EFE sur le ou les modes de déformation sur cette même figure. On voit se dégager deux domaines. Au dessus de  $18\text{mJ.m}^{-2}$  la transformation de l'austénite en martensitique  $\varepsilon$  ne se produit plus lors d'essais de traction. En dessous de  $18\text{mJ.m}^{-2}$ , le maillage entre en compétition avec la formation de martensite  $\varepsilon$  lors de la déformation.

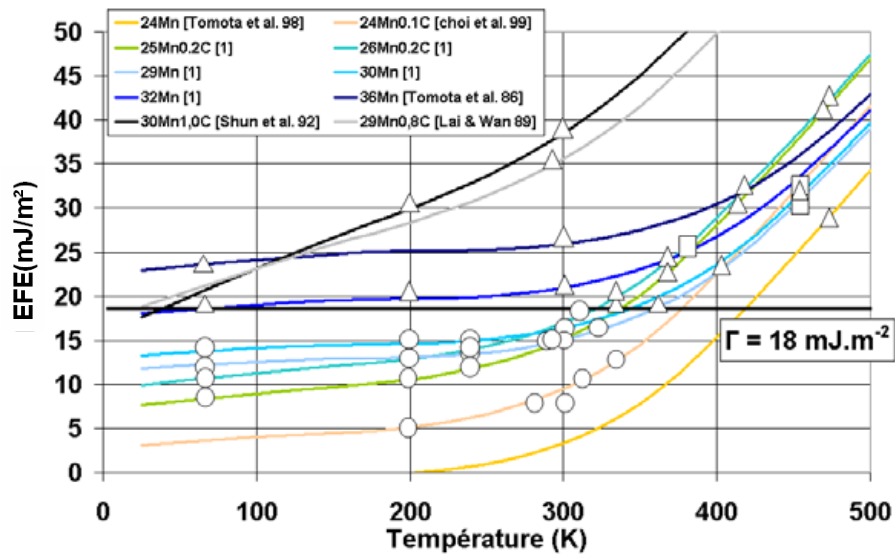


Fig. I.13 : Modélisation de l'EFE en fonction de la température pour des compositions correspondant aux alliages étudiés par différents auteurs (Remy & Pineau, 1976, Li & Hsu, 1997, Tomota *et al.*, 1986, Shun *et al.*, 1992, Tomota *et al.*, 1998, Choi *et al.*, 1999, Chen *et al.*, 1999). Les différents symboles représentant les mécanismes de déformation observés par les auteurs ont été reportés le long des courbes. ( $\square$  : glissement seul,  $\Delta$  : maillage mécanique + glissement,  $\circ$  : transformation martensitique  $\varepsilon$  + glissement) (ALLAIN, 2004). La référence notée [1] correspond à (Remy & Pineau, 1976)

### I.2.2.1 Influence de la contrainte locale sur l'EFE effective

Un élément fondamental dans la formation des macles à l'origine des propriétés mécaniques des aciers TWIP est la contrainte appliquée, sa valeur et sa direction par rapport aux axes cristallographiques. Il a été précisé au paragraphe I.2 que l'EFE qui pouvait être mesuré n'est pas l'EFE intrinsèque au matériau mais l'EFE effective (équation I.5). L'EFE effective qui détermine la distance de dissociation ( $\zeta$ ) des dislocations partielles dépend de leur environnement et en particulier de la contrainte appliquée (Copley & Kear, 1968, Goodchild *et al.*, 1970) (équation I.6).

$$\frac{1}{\zeta} = \frac{1}{C} \left[ \Gamma^\infty \pm \left( \frac{m_1 - m_2}{2} \right) \sigma b \right] \quad (1.6)$$

$\zeta$  est la distance de dissociation entre les partielles

C est une constante dépendant du type de dislocation et des constantes élastiques du matériau

$\Gamma^\infty$  est l'énergie de faute d'empilement intrinsèque

$m_1$  et  $m_2$  sont respectivement les facteurs de Schmid de la partielle de tête et de queue respectivement et  $b$  le module de leur vecteur de Burgers

$\sigma$  est la contrainte uniaxiale appliquée

le signe  $\pm$  permet de distinguer le cas de la compression de celui de la traction. En traction le signe + intervient dans l'équation 1.6 et c'est le signe moins dans le cas de la compression.

Cette relation implique que, selon le type de sollicitation et son orientation par rapport au cristal, la distance entre la partielle de tête et celle de queue augmente ou diminue (figure 1.14). On obtient alors l'expression de l'EFE effective  $\Gamma^*$  (Kestenbach, 1977a):

$$\Gamma^* = \Gamma^\infty \pm \left[ \left( \frac{m_1 - m_2}{2} \right) \sigma b \right] \quad (1.7)$$

L'EFE effective  $\Gamma^*$  a permis d'expliquer l'influence de l'axe et du type de sollicitation sur la distance de dissociation des dislocations parfaites sur les monocristaux (Venables, 1961) (Venables, 1964a) (Venables, 1964b) (Goodchild *et al.*, 1970) (Suzuki & Barrett, 1958) (Thornton & Mitchell, 1962). De nombreux auteurs ont dès lors montré que, dans le cas des monocristaux, l'axe et le type de sollicitation influence l'EFE effective et que cela conduisait à des modes de déformation radicalement différents (Kestenbach, 1977a, Christian & Mahajan, 1995, Karaman *et al.*, 2000, Byun, 2003).

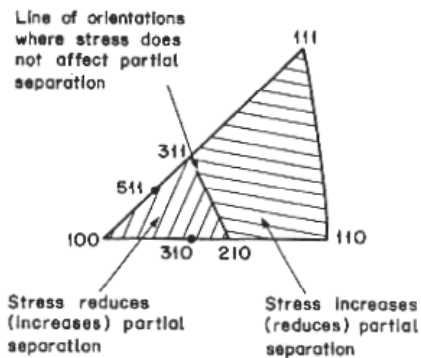


Fig. 1.14 : Variation de la séparation des partielles de Shockley en fonction de l'axe de sollicitation dans le cas d'une traction (compression) (Copley & Kear, 1968)



### I.2.2.2 Influence de l'EFE sur les modes de déformation

Lorsque l'énergie de faute d'empilement diminue, la distance de dissociation des dislocations augmente. L'augmentation de cette dissociation a pour première conséquence de désactiver le glissement dévié. La déformation devient alors très largement planaire même pour des contraintes très élevées. De plus, lorsque la distance de dissociation des partielles est suffisamment importante, une bande de faute d'empilement est créée et peut constituer un germe pour la croissance d'une macule ou d'une latte de phase hexagonale (martensite  $\epsilon$ ). De cette façon, lorsque l'EFE diminue, les modes de déformation vont progressivement évoluer. Avec une EFE qui diminue (Cohen & Weertman, 1963) (Venables, 1963, Ericsson, 1966, Schumann, 1972, Remy & Pineau, 1976, ALLAIN, 2004), les modes de déformation dominants sont séquentiellement :

- le glissement dévié
- le maillage mécanique
- la transformation martensitique athermique  $\epsilon$  (phase hexagonale compacte) et  $\alpha'$  (structure proche de la phase cubique centrée)

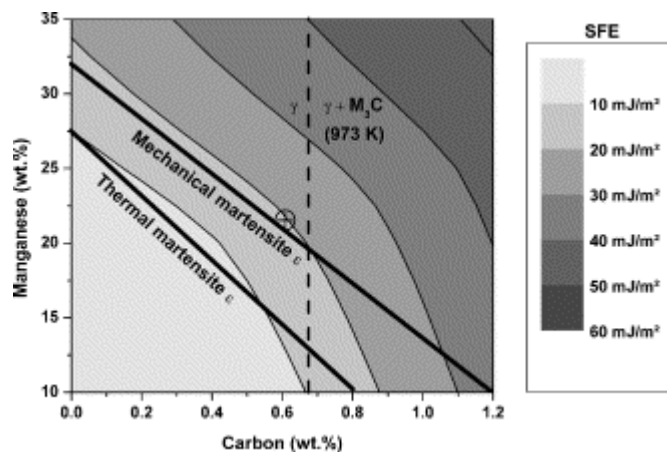


Fig. I.15 : Lignes iso-EFE dans le diagramme carbone / manganèse (% massique) des aciers à 300K. (Allain, Chateau, Bouaziz *et al.*, 2004). Les traits indiquent les limites supérieures des domaines de transformation martensitique et thermique (Schumann, 1972)

Dans le cas des aciers TWIP une diminution de la teneur en manganèse et en carbone va induire une diminution de l'EFE (figure I.15). Ceci définit des domaines en composition pour les aciers austénitiques Fe-Mn-C où les différents mécanismes sont activés tour à tour (Schumann, 1972, Remy & Pineau, 1976, ALLAIN, 2004). Les domaines dits thermiques sont ceux pour lesquels l'apparition de macules ou de martensite intervient lors de la trempe depuis une température supérieure. Les domaines athermiques correspondent aux zones où il est nécessaire de déformer le matériau pour voir apparaître le maillage ou de la martensite. La transformation

martensitique  $\epsilon$  se produit lorsque l'EFE est inférieure à  $18 \text{ mJ.m}^{-2}$  et le maclage induit par la plasticité pour les EFE comprises entre  $12$  et  $35 \text{ mJ.m}^{-2}$  dans le cas des aciers FeMnC (Allain, Chateau, Bouaziz *et al.*, 2004).

En résumé, on peut classer les matériaux CFC en trois catégories :

D'abord les CFC à moyenne et haute énergie de faute d'empilement qui ont les mécanismes de déformation que l'on peut considérer comme standards. Le glissement des dislocations est planaire au début de la déformation. Pour une contrainte critique, le glissement dévié est activé et pour de fortes densités de dislocations celles-ci s'organisent en cellules.

Les matériaux à faible EFE constituent la seconde catégorie. Le glissement des dislocations est uniquement planaire et on peut voir apparaître du maclage induit par la plasticité.

Enfin, pour les matériaux à très faible EFE, le glissement des dislocations est aussi planaire mais le maclage laisse la place à une transformation de phase induite par la déformation. Cette transformation de phase correspond à la formation de phase martensitique  $\epsilon$  et ou  $\alpha'$  à partir de l'austénite dans le cas des aciers austénitiques Fe-Mn-C.

### I.3 Les mécanismes de déformation dans les matériaux CFC à haute et moyenne énergie de faute d'empilement

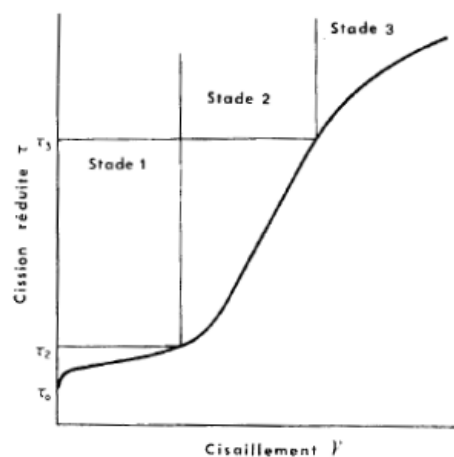


Fig. I.16 : Courbe schématique de la traction d'un monocristal CFC (Adda *et al.*, 1987)

Les matériaux à haute et moyenne énergie de faute d'empilement présentent les mécanismes de déformation dits « classiques ». Leur comportement dans le cas d'une sollicitation en traction uniaxiale est bien connu (Friedel *et al.*, 1955, Fujita, 1967). Une succession de trois étapes dans le comportement mécanique d'un monocristal est alors observée (Adda *et al.*, 1987) (figure I.16). Chaque étape correspond à la combinaison de l'activation d'un mode principal de glissement des dislocations et d'un mécanisme de durcissement associé.

### I.3.1 Le stade I (glissement facile)

Le stade I est généralement court et caractérisé par un glissement facile des dislocations. L'érouissage  $\theta$  ( $\theta = d\sigma / d\varepsilon$ ), est alors constant mais faible, de l'ordre de  $\mu/3000$  ( $\mu$  est le module de cisaillement). Le niveau de l'érouissage dépend peu de la température. La longueur de ce stade dépend de l'orientation cristallographique du cristal par rapport à la sollicitation.

La principale caractéristique de ce stade est qu'un seul système de glissement  $\{111\} \langle 110 \rangle$  pour les CFC est activé. Ceci explique en grande partie le faible érouissage. On considère en effet que ce sont les interactions entre systèmes de glissement qui sont en grande partie responsables du durcissement structural des dislocations (Friedel, 1964). Dans ce cas particulier, le durcissement provient des frictions entre les dislocations et la solution solide (Fujita & Kimura, 1982) ainsi que des interactions entre dislocations de systèmes parallèles. La microstructure est très hétérogène, elle est constituée de bandes de glissement et d'empilements de dislocations. Avec l'augmentation de la déformation, le nombre de dislocations dans les empilements augmente ce qui induit une augmentation des contraintes internes (Püschl, 2002). Celles-ci vont finir par activer au moins un second système de glissement déclenchant ainsi le stade II.

### I.3.2 Le stade II (durcissement linéaire)

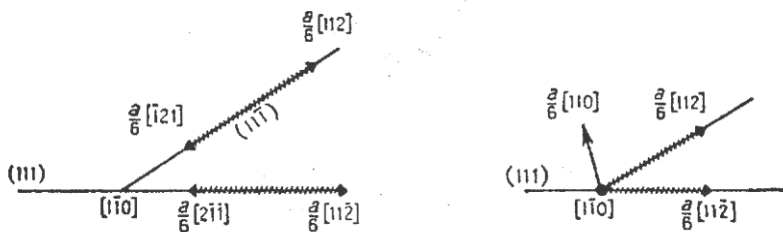


Fig. I.17 : Formation d'une barrière de Lomer-Cottrell (Friedel, 1964)

Le stade II débute lorsqu'un second système de glissement est activé, que se soit par rotation du cristal ou saturation temporaire du système primaire. Les

interactions entre les deux systèmes provoquent la création de barrières stables. Dans les matériaux à EFE moyenne, comme le cuivre à température ambiante, une des plus courantes est la barrière de Lomer-Cottrell (Cottrell, 1953).

Lorsque deux lignes de dislocations parfaites respectivement, de vecteurs de Burgers  $(a/2) [011]$  et  $(a/2) [10\bar{1}]$  et de plan de glissement  $(11\bar{1})$  et  $(111)$ , se croisent. Elles peuvent alors se décomposer chacune en deux dislocations de Shockley. On a alors :

$$\frac{a}{2}[011] \rightarrow \frac{a}{6}[\bar{1}21] + \frac{a}{6}[112] \quad \text{et} \quad \frac{a}{2}[10\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[2\bar{1}\bar{1}] + \frac{a}{6}[11\bar{2}]$$

Les deux dislocations partielles de gauche peuvent s'attirer, et ce même à grande distance, et se recombinaient en une nouvelle dislocation  $(a/6) [110]$ . Cette dislocation est stable et repousse les deux dislocations partielles restantes créant ainsi un obstacle fort.

La formation de ce nouveau type obstacle (figure I.17) induit un important durcissement. On peut, en première approximation, estimer qu'au stade I le libre parcours moyen des dislocations est de l'ordre de la taille de grain ; rien ne venant bloquer les dislocations entre leur source et le joint de grain. Au stade II, on doit considérer que les bandes de glissement formées au stade I constituent des obstacles forts pour les dislocations du second système. Le durcissement est constant, comme dans le stade I, mais il est beaucoup plus élevé, voisin de  $\mu/20$  (Seeger, 1963). Il est lui aussi peu sensible à la température.

On notera que le stade II n'est pas directement lié à l'apparition de barrières de Lomer-Cottrell. Dans les matériaux à forte EFE, comme par exemple dans l'aluminium, il n'y a pas de dislocations partielles et le stade II existe tout de même.

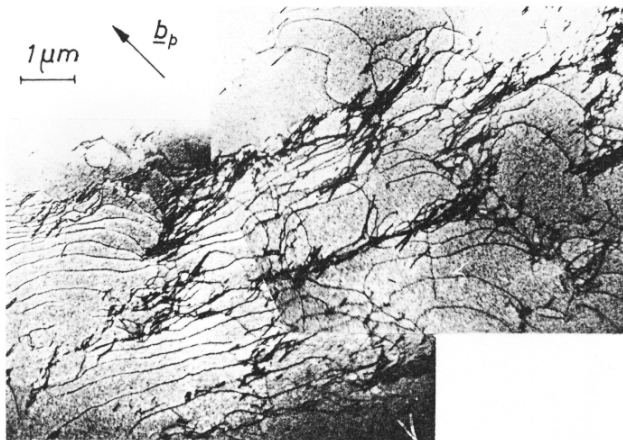


Fig. I.18 : Hétérogénéité de déformation dans un monocristal de cuivre en stade II (Mughrabi, 1975)

La structure de déformation du stade II présente généralement des caractéristiques communes avec celle du stade I, c'est-à-dire une forte hétérogénéité de déformation avec des bandes de glissement dans le système primaire. Elle présente en plus des dislocations distribuées aléatoirement et enchevêtrées entre les bandes de glissement (généralement des dipôles de dislocations coins) : ce sont les dislocations dites de la forêt. De nombreuses barrières de Lomer-Cottrell sont généralement présentes au bord des bandes de glissement (figure I.18).

### I.3.3 Le stade III et la réduction progressive de l'écroissage

Le stade III est caractérisé par un écroissage décroissant avec la déformation. Cette décroissance est liée à l'activation du glissement dévié des dislocations.

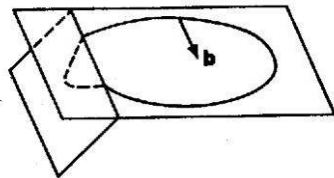


Fig. I.19 : Glissement dévié (Friedel, 1964)

Le glissement dévié est le changement de plan de glissement d'un plan  $\{111\}$  vers un autre plan  $\{111\}$ . Pour qu'il soit possible les deux plans  $\{111\}$  doivent être parallèles au vecteur de Burgers de la dislocation.

Il existe une différence fondamentale de comportement entre les dislocations vis et les dislocations coin concernant le glissement dévié. Les dislocations coin et les dislocations vis glissent dans les plans compacts (111). Mais alors que les dislocations vis ont leur ligne de dislocation parallèle à leur vecteur de burgers, les dislocations coin ont le vecteur de ligne perpendiculaire à leur vecteur de burgers. Il en résulte que le glissement dévié des dislocations coin est impossible puisque le vecteur de ligne et le vecteur de Burgers définissent un plan de glissement unique. Ceci n'est pas le cas des dislocations vis : pour celles-ci, le glissement dévié est généralement assez facile mais nécessite une activation thermique.

Lorsque l'activation thermique n'est pas suffisante, le glissement dévié des dislocations vis est activé par un cisaillement critique  $\tau_{III}$ .  $\tau_{III}$  définit le cisaillement critique à partir duquel l'écroissage diminue. Il dépend ainsi fortement de la température de déformation.

Avec l'augmentation de la contrainte, le glissement dévié des dislocations vis est de plus en plus actif. Il a trois principaux effets. Il permet d'abord la restauration dynamique des dislocations vis en leur permettant de changer de plan de glissement. Il

permet aussi de débloquent les dislocations qui étaient piégées sur des obstacles. Ce faisant, le glissement dévié réduit l'écroutissage. Le glissement dévié est aussi à l'origine de la formation de cellules de dislocations (figure I.20). En permettant aux dislocations de changer de plan, le glissement dévié permet la réorganisation des dislocations sous forme de cellules qui réduisent l'énergie du système, mais réduisent aussi l'efficacité du durcissement des dislocations (Mughrabi, 1983).

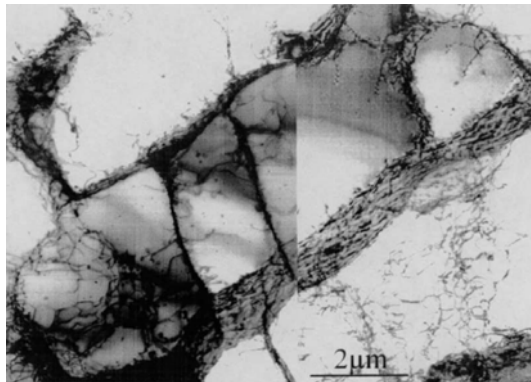


Fig. I.20 : Formation de cellules de dislocations au stade III pour l'aluminium (Püschl, 2002)

## I.4 Les mécanismes de déformation dans les matériaux CFC à faible énergie de faute d'empilement

Dans le cas des matériaux à faible EFE, le glissement dévié est fortement inhibé. Il a été expliqué précédemment que seules les dislocations vis pouvaient changer de plan de glissement. Les dislocations coin comme les dislocations partielles ont un plan de glissement défini par leur vecteur de ligne et leur vecteur de Burgers. Il a été aussi exposé qu'une faible énergie de faute d'empilement provoque une dissociation des dislocations parfaites en dislocations partielles. Même si cette dissociation n'a pas lieu sur toute la longueur de la dislocation, le fait pour une dislocation vis de se dissocier rend le glissement dévié très difficile car les dislocations partielles vont l'ancrer dans un plan compact bien défini. La première conséquence pour les aciers à faible EFE est que le glissement dévié est inhibé même pour de fortes contraintes, et seul le glissement planaire des dislocations est présent. De nouveaux mécanismes de déformation apparaissent : la formation de fautes d'empilement et le maclage. Ceux-ci semblent remplacer le glissement dévié comme mécanisme de relaxation des contraintes internes (El-Danaf *et al.*, 2000, Vercammen *et al.*, 2004).

Le maclage induit par la déformation introduit des propriétés macroscopiques très particulières telles le durcissement très élevé et la ductilité accrue. On notera ici que des études sur des nanomatériaux ont montré qu'une petite taille de grain

permettait d'augmenter le cisaillement critique activant le glissement dévié (Conrad, 2007). De cette façon le maillage réduisant de façon dynamique la taille de grain aura tendance à augmenter le cisaillement critique activant le glissement dévié. Le phénomène de maillage induit par la plasticité, même s'il est principalement piloté par l'EFE, permet de désactiver le glissement dévié en augmentant la contrainte critique de ce glissement en réduisant la taille de grain au cours de la déformation.

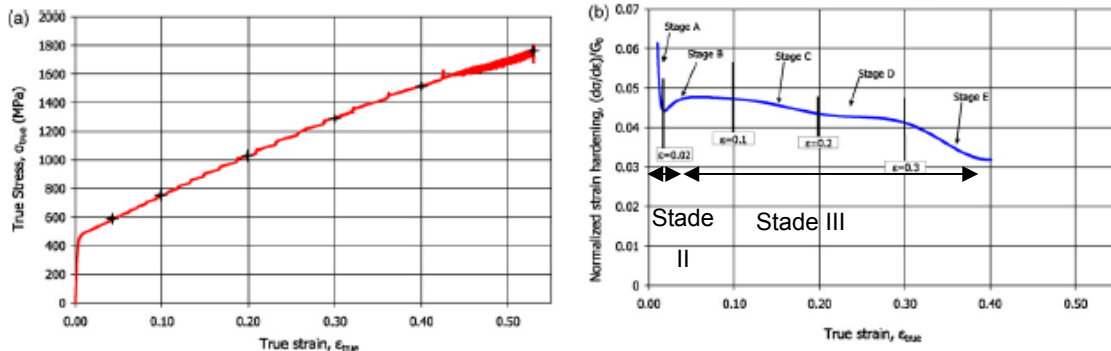


Fig. 1.21 : Essai de traction en contrainte vraie en fonction de la déformation vraie (a) et durcissement normalisé en fonction de la déformation vraie pour un acier Fe22Mn0.6C avec une EFE de  $18\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$  à température ambiante (Barbier *et al.*, Püschl, 2002)

Tout comme dans la déformation des CFC à haute et moyenne EFE, on peut décomposer la déformation des CFC à faible EFE en trois étapes (figure 1.21).

#### 1.4.1 Le stade I (glissement planaire simple)

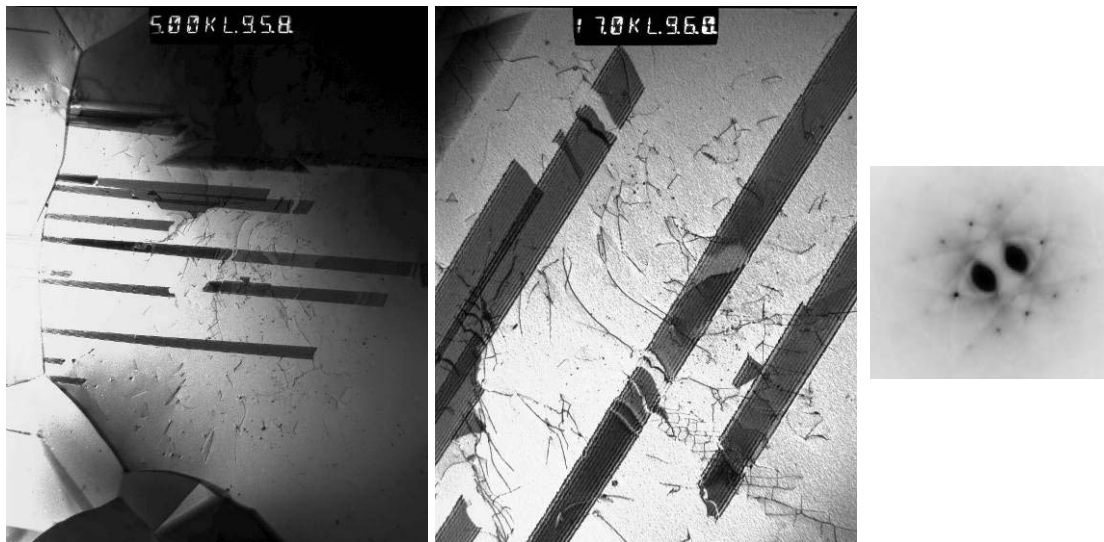


Fig. 1.22 : Micrographies d'un acier Fe22.6Mn0.6C recristallisé avec une EFE de  $18\text{mJ}\cdot\text{m}^{-2}$  (Wang, 2008) (Mc Master University)

La première étape étant commune avec les CFC à moyenne et haute EFE, on ne s'attardera que sur les suivantes. De plus, cette phase n'est généralement pas

visible lors des essais sur polycristaux. On signalera tout de même que dans les états recristallisés, on observe fréquemment des macles de recuit d'une taille de plusieurs centaines de nanomètres voir plusieurs micromètres. L'autre fait intéressant est que les dislocations parfaites, présentes en faibles quantités, sont souvent dissociées (figure I.22). Sur cette figure est représenté l'état d'un échantillon recristallisé à faible et plus gros grandissements sur lesquels apparaissent des fautes d'empilement.

### **I.4.2 Le stade II (glissement planaire multiple)**

Ce stade est semblable au stade II des CFC à haute EFE. Il est caractérisé par l'activation de plusieurs systèmes de glissement planaires dont la conséquence est un taux d'écroutissage constant. Lors du stade II, des CFC à faible EFE, de nombreuses fautes d'empilement se forment (figures I.23). Elles correspondent à la dissociation des dislocations parfaites. Vers la fin du stade II, on voit apparaître des bandes de glissement (Fujita & Kimura, 1982).

Le glissement dévié n'étant pas actif dans les matériaux à faible EFE, les dislocations en tête des empilements ne peuvent pas changer de plan. Il en résulte qu'à partir d'une certaine contrainte critique (dépendant du type et de l'orientation de la sollicitation par rapport aux axes cristallographiques) un important phénomène de maclage s'initie, marquant le début du stade III.

### **I.4.3 Le stade III (le maclage induit par la déformation et l'effet TWIP)**

Contrairement aux matériaux à moyenne et forte EFE, le stade III dans les matériaux CFC à faible EFE se caractérise macroscopiquement par un taux d'écroutissage élevé et quasiment constant (figure I.21). Cette propriété étonnante est expliquée par un intense maclage (Grassel *et al.*, 2000, Vercammen *et al.*, 2002, Allain, Chateau & Bouaziz, 2004) et l'apparition d'un phénomène de back-stress ou écroutissage cinématique (Bouaziz *et al.*, 2008, Sevillano, 2009).

Ce stade III se décompose en deux ou trois étapes. La première correspond à l'activation d'un premier système de maclage, la deuxième à l'activation d'un second système et la troisième étape correspond à la saturation du phénomène de maclage. Nous considérerons par la suite que ces étapes ne correspondent qu'à une seule et même étape et ce pour trois raisons.

D'abord, l'activation d'un ou deux système(s) de maclage n'est pas systématique. Certains grains n'ayant pas un facteur de Schmid favorable ne macleront jamais et ce quelque soit la contrainte appliquée (Karaman *et al.*, 2000, Byun, 2003). De plus, le phénomène de maclage, au-delà de sa présence sur un ou deux système(s) semble jouer un rôle prépondérant dans l'écroutissage de ces aciers.



De la même manière qu'il existe des dislocations géométriquement nécessaires aux joints de grains (Ashby, 1970), on peut considérer que les macles induites par la déformation sont géométriquement nécessaires pour assurer la relaxation d'une partie des contraintes (Sevillano).

On notera aussi l'apparition de bandes de cisaillement (figure I.23). Ces bandes de cisaillement jouent un rôle important dans l'évolution de la texture et sont liées aux systèmes de glissement actifs (Duggan *et al.*, 1978, El-Danaf *et al.*, 2000).

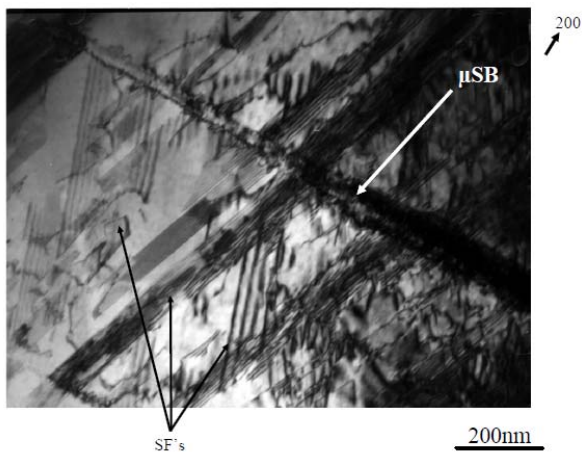


Fig. I.23 : Micrographie en champ sombre (le vecteur de diffraction appartient à la matrice) sur un acier Fe22.7Mn0.5C0.08N avec une EFE de 18mJ.m<sup>-2</sup> à 10% par laminage à froid (Bracke, 2006). On voit apparaître des bandes de glissement (notées μSB)

#### I.4.3.1 Les modèles de germination du maillage

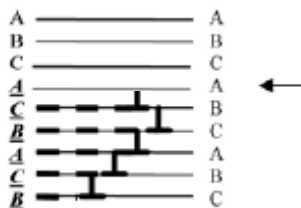


Fig. I.24 : Représentation schématique du réarrangement des plans compacts autour d'une macle mécanique créée par le déplacement de dislocations partielles intrinsèques tous les plans atomiques. La flèche indique la position du joint de macle, plan miroir pour le réseau CFC (ALLAIN, 2004)z

La dissociation d'une dislocation parfaite en deux dislocations de Shockley engendre entre celles-ci une faute d'empilement (figure I.11). Pour générer une macle à partir de fautes d'empilement, il faut soit introduire une faute d'empilement intrinsèque tous les plans compacts (figure I.24), soit introduire une faute extrinsèque tous les deux plans. Ceci nécessite de faire germer une dislocation de Shockley tous les plans ou tous les deux plans atomiques. Dans le cas des aciers TWIP Fe-Mn-C, la nature des fautes a été attentivement observée (Bracke, 2006). Sur l'ensemble des observations une seule faute extrinsèque a été observée. Comme la nature des fautes d'empilement est très majoritairement intrinsèque, on peut donc raisonnablement

supposer que les fautes à l'origine du maclage sont de nature intrinsèque. Cela rejoint le fait que l'EFE extrinsèque est supérieure à l'EFE intrinsèque (Lecroisey & Pineau, 1972). Dans les matériaux à très faibles EFE, comme dans les aciers à austénite instable, de type acier 301, les fautes sont, sans doute, de nature extrinsèque. Les aciers TWIP ont une EFE intermédiaire (figure I.13) ce qui explique la nature très majoritairement intrinsèque des fautes.

Il existe deux théories principales pour expliquer le passage de dislocations partielles engendrant des fautes intrinsèques tous les plans (111).

#### I.4.3.1.1 Le modèle polaire

Ce modèle (Venables, 1964b) est historiquement le premier à avoir été développé. Il nécessite la dissociation d'une dislocation parfaite en une dislocation de

Franck, par exemple  $\frac{a}{3}[\bar{1}1\bar{1}]$ , et une dislocation de Shockley.

$$\frac{a}{2}[01\bar{1}] \rightarrow \frac{a}{6}[21\bar{1}] + \frac{a}{3}[\bar{1}1\bar{1}]$$

Sous l'action d'une contrainte les deux dislocations partielles vont s'éloigner en laissant une faute entre elles. La croissance de la macle est alors expliquée par une rotation complète de la dislocation de Shockley autour de la dislocation de Franck associée à un changement de plan compact à chaque tour de la dislocation de Shockley. Les macles ainsi créées sont parfaites.

On oppose généralement à ce modèle trois critiques : il nécessite une configuration très particulière. La dissociation de la dislocation n'obéit pas à un mécanisme énergétiquement favorable. Enfin, ce mécanisme n'est pas conforme à la vitesse à laquelle se forment les macles.

#### I.4.3.1.2 Le modèle d'empilement des dislocations

Il a été vu au paragraphe I.3.2 que le stade II de déformation dans les CFC à moyenne et haute EFE pouvait conduire à la formation de barrières de Lomer-Cottrell (figure I.17). En partant de cette configuration générée par les empilements de dislocations on peut, en appliquant une contrainte, propager une faute d'empilement à travers le grain. Si ce phénomène se répète à chaque plan compact (figure I.25), via un empilement de dislocations suivant le plan défini par la barrière de Lomer-Cottrell, on peut ainsi générer une macle suivant son plan compact conjugué. Dans le modèle de Cohen et Weertman, la dislocation parfaite arrivant sur une barrière de Cottrell peut se dissocier en une dislocation de Franck sessile et une dislocation partielle de Shockley (Cohen & Weertman, 1963). Par exemple :

$$\frac{a}{2}[011] \rightarrow \frac{a}{3}[111] + \frac{a}{6}[\bar{2}11]$$

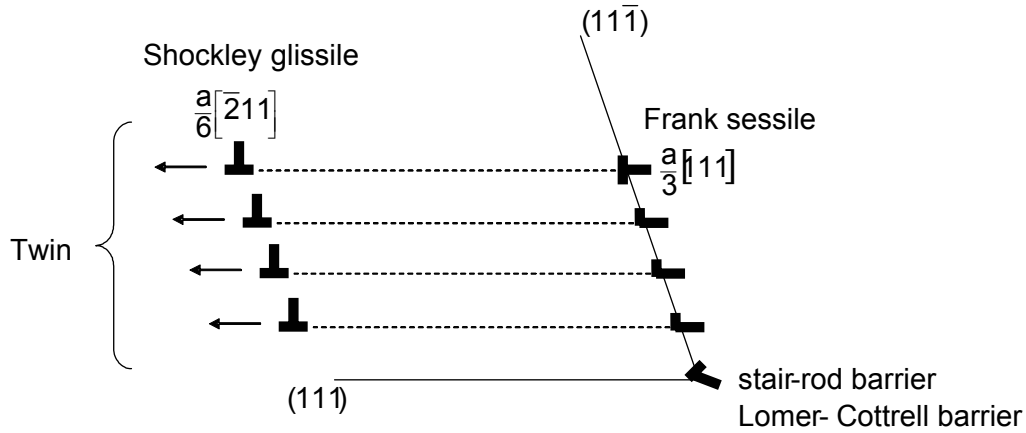


Fig. I.25 : Représentation schématique de la formation d'une macle à partir d'une barrière de Lomer-Cottrell (Cohen & Weertman, 1963)

La décomposition de la dislocation n'est pas énergétiquement favorable mais ce mécanisme a l'avantage d'être conforme à la vitesse à laquelle survient le maclage. Il explique aussi l'origine physique de la contrainte critique de maclage. Seule une contrainte critique minimum permet de générer une barrière de Lomer-Cottrell. Ce mécanisme permet de comprendre pourquoi les macles formées sont imparfaites. Il suffit que le mécanisme n'ait pas lieu sur un plan pour introduire une faute d'empilement dans la macle. Il explique aussi pourquoi le maclage obéit à la loi de Schmid, le glissement de la dislocation de Shockley n'étant possible que pour un facteur de Schmid favorable.

#### I.4.3.2 La morphologie du maclage dans le cas des aciers TWIP à base Fe-Mn-C

Les aciers TWIP basés sur le système Fe-Mn-C ont fait l'objet de nombreuses recherches pour caractériser leur microstructure (ALLAIN, 2004, Barbier *et al.*, 2006, Dumay, 2008, Bracke, 2006). Une étude par métallographie optique (ALLAIN, 2004) a permis de mettre en évidence des stries comparables à des bandes de glissement mais qui, après une étude par microscopie électronique en transmission, se révèlent être des faisceaux de macles. Le maclage se caractérise ainsi par une organisation en faisceaux de macles très fines (d'une épaisseur de 20 à 50nm chacune). Les faisceaux sont épais de plusieurs centaines de nanomètres (figure I.26). La distance entre macles coplanaires  $d_i$  (dans un système donné  $i$ ) (Remy, 1978) est reliée par une relation stéréologique de Fullman's (Allain *et al.*, 2002) avec les paramètres de la distribution des macles :

$$\frac{1}{d_i} = \frac{f_i}{n_i e_i (1-F)}$$

Avec  $f_i$  la fraction maclée,  $n_i$  le nombre moyen de macles par faisceau,  $e_i$  l'épaisseur moyenne des macles et  $F$  la fraction volumique maclée totale.

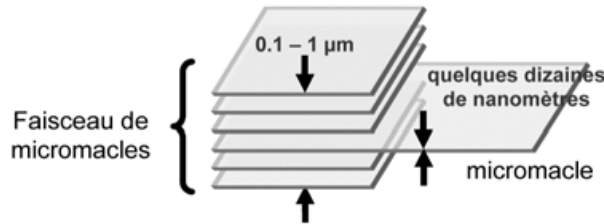


Fig. I.26 : Ordres de grandeurs dimensions des micromacles et des faisceaux (ALLAIN, 2004).

Comme cela avait déjà été établi pour un acier austénitique inoxydable (Byun, 2003), dans de nombreux grains on peut constater l'activation séquentielle d'un, puis de deux systèmes de macles (ALLAIN, 2004) (figure I.27).

Des études exhaustives en EBSD (ALLAIN, 2004, Bracke, 2006), complétées par des observations en microscopie en transmission, ont permis de mettre en évidence que la possibilité pour une orientation donnée des grains de contenir un système de maclage dépend de son facteur de Schmid.

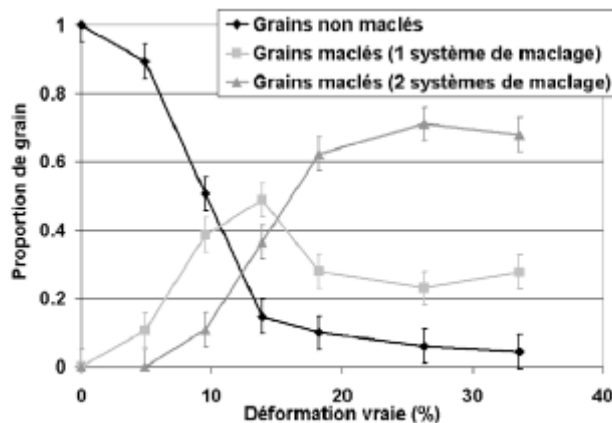


Fig. I.27 : Évolution de la proportion de grains non maclés, ou maclés avec 1 ou 2 système(s) de maclage activé(s). Mesures en microscopie optique sur une nuance Fe22.6Mn0,6C (ALLAIN, 2004)

La contrainte critique de maclage dépend de l'EFE mais elle ne sera pas identique pour tous les grains et tous les systèmes de glissement. C'est l'ensemble

EFE effective et la loi de Schmid qui permet de prédire l'activation du maclage, cela explique l'activation séquentielle de deux systèmes de maclage (figure I.28), l'impossibilité pour certains grains de macler et l'augmentation graduelle du pourcentage de grains maclés (figure I.27).

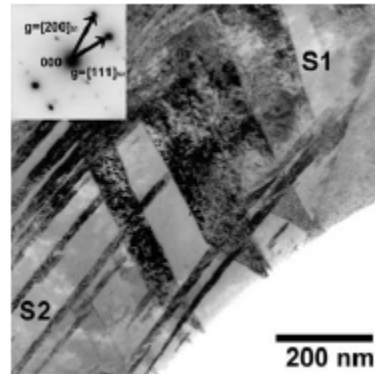


Fig. I.28 : Micrographies en champ sombre d'une nuance Fe22.6Mn0,6C pour une grande déformation. Les deux systèmes de maclage sont en contraste par sélection simultanée de deux vecteurs de diffraction appartenant à l'orientation cristallographique des deux systèmes (ALLAIN, 2004)

Ces observations sont à mettre en parallèle avec l'influence de la contrainte sur la distance de dissociation (Kestenbach, 1977b, Pettinari *et al.*, 2002). Au paragraphe I.2.2.1 on a montré que la contrainte appliquée influençait la distance de dissociation des dislocations partielles et que l'on pouvait de cette façon définir une EFE effective. Le maclage obéit au premier ordre à l'EFE intrinsèque au matériau et au facteur de Schmid défini sur chacun des systèmes de glissement. Mais au second ordre, il est nécessaire de prendre en compte l'influence de la nature et de la direction de la contrainte appliquée aux dislocations qui définit une EFE effective pour chaque système de glissement.

#### I.4.3.3 L'effet du maclage sur les propriétés mécaniques

Le durcissement observé à ce stade correspond à la fois à une réduction du libre parcours moyen des dislocations par le biais d'un mécanisme de Hall-Petch dynamique (Allain, Chateau & Bouaziz, 2004) mais est aussi lié à un remarquable effet de back-stress cinématique. Ce phénomène semble intimement lié à l'organisation particulière des dislocations. La difficulté du glissement dévié rend l'activation de sources de dislocations difficile (Fujita & Kimura, 1982). La déformation est alors hétérogène. La seule présence du glissement planaire et la multiplication des joints de macles permet à de nombreux empilements de dislocations de se former au cours de la déformation. Ceux-ci créent des concentrations de contraintes aux joints de grain ou de macle et sont à l'origine du phénomène de Back-Stress mesuré dans ces matériaux

(figure I.29). Ce back-stress est remarquable car, contrairement aux autres aciers austénitiques, il ne sature pas.

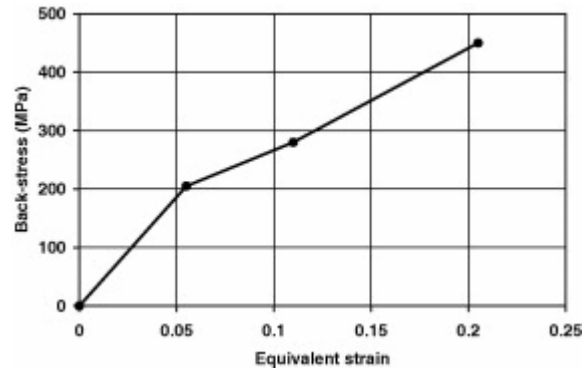


Fig. I.29 : Evolution du paramètre de back-stress d'un acier TWIP Fe22.6Mn0.6C mesuré en traction/compression en fonction de la déformation vraie (Bouaziz *et al.*, 2008)

Les résultats des essais de traction sur les CFC à faible EFE (tels que celui présenté figure I.21) montrent que ces matériaux présentent à la fois une grande ductilité et une forte contrainte à rupture.

Ces caractéristiques semblent être le résultat de la combinaison d'un glissement planaire des dislocations et d'un maclage induit par la déformation. Le glissement planaire provoque la formation d'empilements de dislocations qui, lorsqu'au moins deux systèmes de glissement sont activés, permettent d'obtenir un taux d'écrouissage élevé et constant (paragraphe I.3.2). Le problème de ce mode de déformation est qu'il conduirait très rapidement à des contraintes locales très fortes qui provoqueraient une rupture précoce.

Des études récentes sur le Back-Stress dans les aciers austénitiques Fe-Mn-C TWIP sont venues préciser l'approche du durcissement provoqué par le maclage. La réduction du libre parcours moyen correspondrait en fait à un accroissement du nombre d'obstacles pour les empilements de dislocations, ce qui conduit à accroître la capacité qu'a le matériau à les stocker. Il est ainsi possible d'obtenir un effet de durcissement accru sans qu'il soit nécessaire d'augmenter drastiquement la contrainte en tête de chaque empilement (Bouaziz *et al.*, 2008).

Le maclage a donc deux effets qui paraissent, à première vue, incompatibles. Il permet de réduire les contraintes internes en accommodant les incompatibilités de déformation. Mais l'introduction de joints de macle à un effet sur le long terme, ils réduisent le libre parcours moyen des dislocations ce qui permet de conserver un taux d'écrouissage élevé.

#### I.4.3.4 L'effet de Dynamic Strain Ageing (DSA)

Il existe une autre hypothèse pour expliquer l'écroissage des aciers TWIP. Il s'agit du phénomène de Dynamic Strain Ageing (CHEN *et al.*, 2007). Le Dynamic strain Ageing est l'interaction très forte entre les dislocations et les atomes de la solution solide mobile (comme les atomes de carbone). Il existe une très forte affinité entre les atomes de carbone et ceux de manganèse et cette affinité engendre des interactions qui augmentent la résistance du réseau au passage des dislocations. En effet, dans les aciers austénitiques à forte teneur en manganèse contenant une importante concentration de carbone interstitiel un ordre local se met en place entre les atomes de manganèse et ces atomes de carbone. Le glissement des dislocations partielles va perturber cet ordre local. On a vu que le passage de la dislocation partielle de tête modifiait l'empilement atomique qui est rétabli par le passage de la dislocation de queue. Cependant, le passage de la dislocation de tête ne rétablit pas l'ordre local entre les atomes de carbone et ceux de manganèse. Il en résulte une baisse de la résistance du réseau au glissement des dislocations dans le plan de glissement considéré qui conduit à confiner le glissement dans les mêmes plans. Ce confinement aboutit à une augmentation de l'écroissage.

Cette théorie est confirmée par l'observation d'instabilités lors des essais de traction (figure I.21a ) interprétées en terme d'effet Portevin-Le-Chatelier (PLC). Lorsque la vitesse de déformation et la température sont adaptées les atomes de carbone en solution peuvent suivre les dislocations mobiles et conduire à des instabilités de déformation du point de vue macroscopique, c'est l'effet PLC. Cependant l'énergie d'activation de ce phénomène est faible en comparaison de celle de la diffusion du carbone (Allain *et al.*, 2008). De plus ces instabilités peuvent être supprimées par substitution partielle du carbone par l'azote à EFE constante (Bracke, 2006) et les propriétés mécaniques sont aussi inchangées.

### I.5 Transformation martensitique induite par la déformation dans l'austénite

On doit différencier l'effet TRIP dans les aciers ferritiques qui constitue le cas classique des aciers TRIP et les aciers austénitiques FeMnC qui présente une transformation de l'austénite en martensite induite par la plasticité.

Dans le premier cas, l'effet TRIP induit par la transformation de l'austénite résiduelle en martensite permet d'obtenir un durcissement conséquent (figure I.30) et accompagné, dans le cas de la transformation de l'austénite en martensite  $\alpha'$ , d'une augmentation significative de l'allongement à rupture. L'augmentation très importante du durcissement permet d'atteindre de très fortes contraintes avant la rupture.

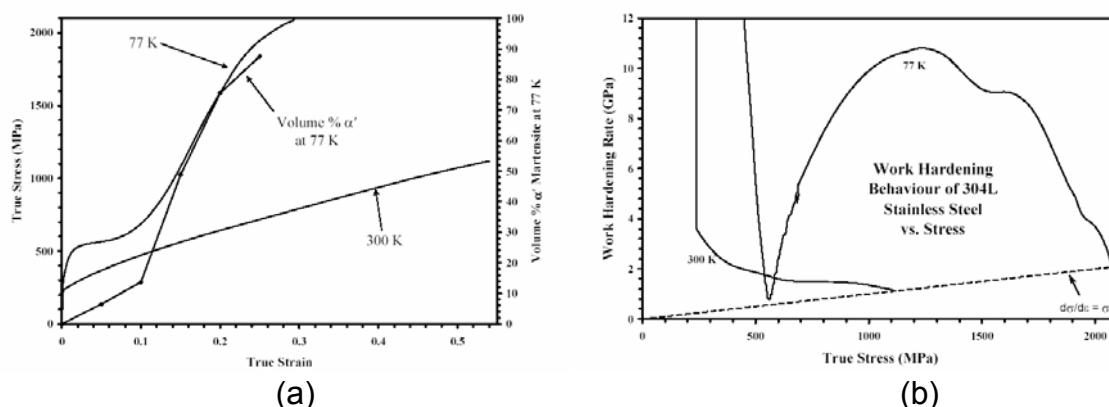


Fig. I.30 : Essai de traction (a) pour un acier inoxydable 304L à température ambiante et 77K et le taux d'érouissage associé en fonction de la contrainte (b). La ligne pointillée sur (b) correspond au critère de Considère. La déformation à 77K met en évidence un très fort effet TRIP (Spencer *et al.*, 2004)

Dans le second cas, c'est-à-dire lorsque l'EFE des aciers austénitiques devient plus faible qu'une valeur estimée à  $18\text{mJm}^{-2}$  (ALLAIN, 2004), la formation de martensite  $\varepsilon$  se substitue au maclage. Dans ce cas le durcissement est accru mais l'allongement uniforme à rupture est moindre (figure I.31).

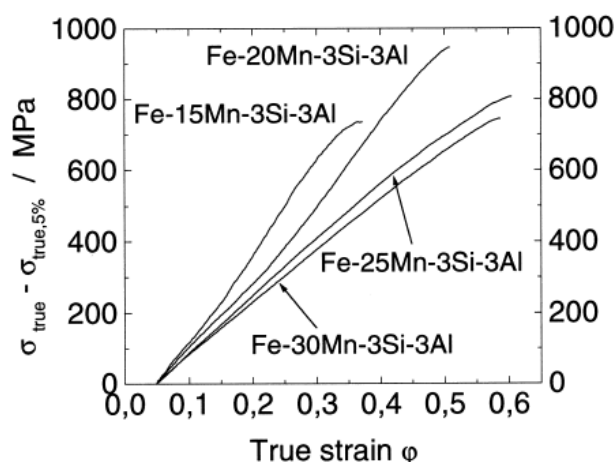


Fig. I.31 : Durcissement en fonction de la déformation plastique vraie pour un essai de traction. Les deux courbes supérieures correspondent à un effet TRIP et les deux inférieures à un effet TWIP (Grässel *et al.*, 2000)

Dans le cas des aciers austénitiques du système Fe-Mn-C, les mécanismes de germination sont semblables à ceux des aciers TWIP à la différence qu'ils impliquent des fautes d'empilement extrinsèques (Idrissi *et al.*, submitted). La formation de lattes de martensite serait ainsi provoquée par le passage d'une dislocation partielle tous les plans compacts impliquant une faute extrinsèque tous les plans compacts.





# Chapitre II. La diffraction des rayons X en vue de la caractérisation d'une microstructure

Afin de mieux comprendre les excellentes propriétés mécaniques des aciers austénitiques Fe-Mn-C, notamment la part de la contribution sur le durcissement liée à la forêt de dislocations et à l'effet de Hall-Petch dynamique lié au maillage, nous nous sommes concentrés sur l'analyse par diffraction X des défauts cristallins de ces matériaux (dislocations, fautes d'empilement et macles). L'objet de cette seconde partie de la revue bibliographique sera de présenter non seulement les différentes méthodes d'analyse existantes mais aussi de fournir les bases de la diffraction et le formalisme qui lui est associé, puis de présenter les méthodes d'analyse de défauts existantes.

## II.1 Bases générales et formalisme de la diffraction par un cristal

Les rayons X sont des ondes électromagnétiques. Elles ont la capacité de faire vibrer le nuage électronique des atomes par rapport à leur noyau. Cette oscillation du nuage électronique provoque en retour une réémission d'ondes électromagnétiques, chaque atome devenant le centre d'une onde diffusée qui va interférer avec les autres ondes émises. Dans le cas des matériaux cristallins, comme les aciers, il existe des périodicités dans l'arrangement atomique et donc dans la densité électronique. Ces arrangements périodiques sont à l'origine d'interférences constructives et destructives

entre les ondes diffusées par les atomes. Les directions de l'espace dans laquelle l'intensité est maximale correspondent aux pics de Bragg.

La diffusion du rayonnement par les atomes est à l'origine de la diffraction. On considérera par la suite que :

- la diffusion est purement élastique (diffusion de Rayleigh)
- la diffusion est isotrope
- le rayonnement incident est monochromatique de longueur d'onde  $\lambda$ .

### II.1.1 Diffusion par un électron

Avec ces trois conditions, la fonction d'onde  $\vec{E}$ , à l'instant t, en un point défini par le vecteur  $\vec{U}$ , résultant d'un électron, à l'origine, soumis à une onde électromagnétique est de la forme suivante :

$$\vec{E}(\vec{U}, t) = \vec{E}_0 \cdot \exp i(\omega t - 2\pi \frac{\vec{s}}{\lambda} \cdot \vec{U}) \quad (II.8)$$

où  $\frac{\vec{s}}{\lambda}$  est le vecteur d'onde,  $\omega$  est la pulsation :  $\omega = \frac{2\pi c}{\lambda}$  ; c est la vitesse de la lumière.

### II.1.2 Diffusion par un atome

Considérons maintenant le cas d'un atome isolé en un point M présentant une densité de charge  $\rho(\vec{x})$  soumis à une onde incidente  $\vec{s}_0$  diffusant une onde  $\vec{s}$  en un point U. Dans le cas où la distance d'observation de l'onde diffusée est très grande par rapport à la dimension de l'atome on peut écrire l'onde résultante en un point U de coordonnées  $\vec{U}$  de la façon suivante :

$$\vec{E}(\vec{U}, t) = \vec{E}_0 \cdot \exp i(\omega t - 2\pi \frac{\vec{s}_0}{\lambda} \cdot \vec{U}) \int_{\text{nuage électronique}} \rho(\vec{x}) \left[ \exp 2i\pi \left( \frac{\vec{s} - \vec{s}_0}{\lambda} \right) \cdot \vec{x} \right] dv$$

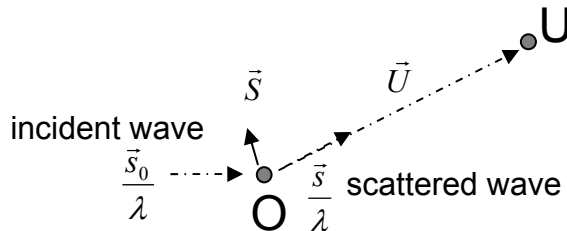


Fig. II.32 : Diffusion d'une onde en un point U par un atome situé en un point O

Posons  $\vec{S} = \frac{\vec{s} - \vec{s}_0}{\lambda}$ , on a :

$$f(\vec{S}) = \int \rho(\vec{x}) \left[ \exp(2i\pi\vec{S}\vec{x}) \right] dv \quad (II.9)$$

nuage électronique

On peut écrire le champ rayonné comme le produit de l'expression du champ électrique d'une charge ponctuelle élémentaire (équation II.8) par le facteur de diffusion atomique  $f(\vec{S})$ .  $f(\vec{S})$  peut-être considérée comme la transformée de Fourier de la répartition de la densité électronique de l'atome.

$$\vec{E}(\vec{U}, t) = \vec{E}_0 \cdot \exp i(\omega t - 2\pi \frac{\vec{s}_0}{\lambda} \cdot \vec{U}) \cdot f(\vec{S}) \quad (II.10)$$

### II.1.3 Diffraction par un cristal

#### II.1.3.1 Définition d'un cristal

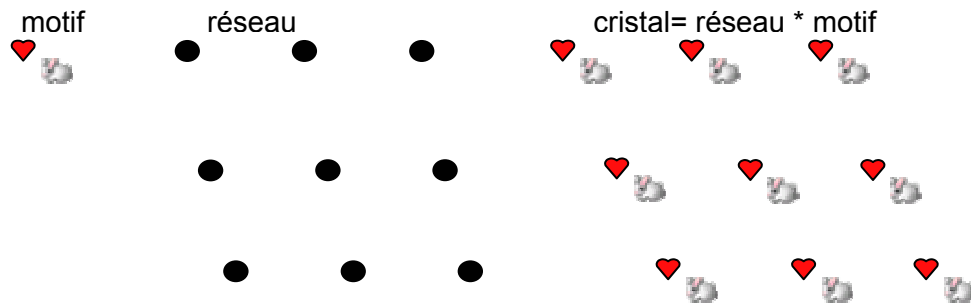


Fig. II.33 : Construction d'un cristal à partir d'un réseau et d'un motif

Le cristal est décrit comme la reproduction d'un motif suivant un réseau. Sa construction est représentée schématiquement dans la figure II.33 (cas d'un cristal à deux dimensions). Le cristal est, par construction, le résultat du produit de convolution entre le motif et le réseau.

#### II.1.3.2 La loi de Bragg

Les périodicités du cristal impliquent qu'il n'y a que pour certaines directions que l'amplitude des ondes réémises est non nulle. Les amplitudes réémises ne sont nulles que lorsque le vecteur de diffraction  $\vec{S}$  correspond aux nœuds du réseau définis par le vecteur  $\vec{d}_{hkl}^*$  soit :

$\vec{S} = \vec{d}_{hkl}^* = h\vec{a}^* + k\vec{b}^* + l\vec{c}^*$  ,  $(\vec{a}^*, \vec{b}^*, \vec{c}^*)$  définissant la base de l'espace réciproque.

Cette condition définit un angle  $\theta$  entre l'onde incidente et la famille de plans réticulaires  $\{hkl\}$  (figure II.34). La loi de Bragg donne la relation entre la distance inter-réticulaire  $d_{hkl}$  et l'angle  $\theta$ .

$$2d_{hkl} \sin(\theta) = \lambda \quad \text{où } h, k \text{ et } l \text{ sont les indices des plans qui diffractes} \quad (\text{II.11})$$

$\lambda$  est la longueur d'onde de l'onde incidente.

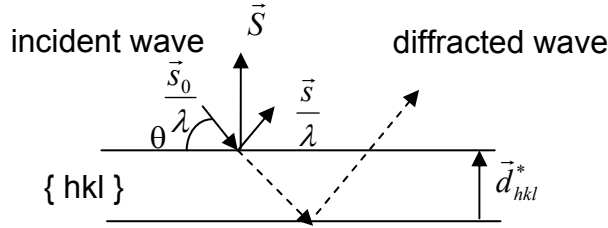


Fig. II.34 : Schéma de la loi de Bragg

### II.1.3.3 Le facteur de structure

Lorsque l'on somme les ondes diffusées non plus sur l'ensemble du cristal mais uniquement sur les atomes d'une maille, on définit le terme  $F(hkl)$  appelé facteur de structure. L'amplitude diffractée par une maille est alors proportionnelle à ce terme  $F(hkl)$ .

$$F(hkl) = \sum_j^{\text{maille}} f_j \exp\{2i\pi(h.x_j + k.y_j + l.z_j)\}$$

On peut aussi écrire  $F(hkl)$  sous la forme suivante :

$$F(hkl) = \sum_j^{\text{maille}} f_j \exp\left\{2i\pi\left(\frac{\vec{s} - \vec{s}_0}{\lambda}\right) \cdot \vec{r}_j\right\} \quad (\text{II.12})$$

$$\text{avec } \vec{r}_j = x_j \cdot \vec{a} + y_j \cdot \vec{b} + z_j \cdot \vec{c}$$

$(\vec{a}, \vec{b}, \vec{c})$  définit la base de l'espace direct.

### II.1.3.4 Le facteur de forme

Considérons l'onde  $\vec{E}_p$  diffusée par une maille placée en  $\vec{u}_p$ . Celle-ci s'exprime de la façon suivante :

$$\vec{E}_p \propto F(hkl) \cdot \exp\left(\frac{2i\pi}{\lambda} \cdot (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot \vec{u}_p\right)$$

On va maintenant s'intéresser à l'expression de l'intensité diffractée par un cristal. Soit un cristal composé de  $N$  mailles, l'amplitude totale  $\vec{E}_T$  s'obtient en sommant les ondes diffractées par chaque maille. L'onde diffractée par l'ensemble du cristal est alors :

$$\vec{E}_T \propto F(hkl) \cdot \sum_{n=1}^N \exp\left(\frac{2i\pi}{\lambda} \cdot (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot \vec{u}_n\right)$$

On définit le facteur de forme  $G$  comme ci-dessous :

$$G(\vec{s} - \vec{s}_0) \propto \sum_{n=1}^N \exp\left(\frac{2i\pi}{\lambda} \cdot (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot \vec{u}_n\right) \quad (\text{II.13})$$

$G$  représente le fait que le cristal est de taille finie et que les atomes ne sont pas disposés exactement sur le motif périodique du cristal.

L'amplitude de l'onde diffractée par un cristal est caractérisée par le produit du facteur de structure  $F(hkl)$  et du facteur de forme  $G$ . Cependant l'amplitude de l'onde n'est pas accessible expérimentalement, c'est l'intensité diffractée qui est mesurée. Sachant que l'on a :

$$I(\vec{S}) = \vec{E}^*(\vec{S}) \cdot \vec{E}(\vec{S})$$

On remarque que l'intensité diffractée par un cristal est proportionnelle au produit des modules carrés du facteur de structure et du facteur de forme.

$$I(\vec{S}) \propto F^*(hkl) \cdot G^* \cdot F(hkl) \cdot G = \|F(hkl)\|^2 \cdot \|G\|^2$$

#### II.1.4 Décomposition de l'intensité diffractée en une série de Fourier

En exprimant le terme  $G \cdot G^*$  on peut alors écrire :

$$I(\vec{S}) \propto \|F(hkl)\|^2 \cdot \sum_{n=1}^N \exp\left(\frac{2i\pi}{\lambda} \cdot (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot \vec{u}_n\right) \cdot \sum_{n'=1}^N \exp\left(\frac{-2i\pi}{\lambda} \cdot (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot \vec{u}_{n'}\right) \quad (\text{II.14})$$

Avec  $N$  le nombre de mailles contenues dans la zone cristallographiquement cohérente (le grain ou la macule par exemple). L'apparition d'un terme de taille est liée au fait que la somme est finie, elle va de 1 à  $N$ . Le terme de distorsion est lié au fait que les vecteurs décrivant les positions du motif ne correspondent pas exactement au vecteur du réseau cristallin. Dans le cas des métaux le motif est généralement un seul atome. Déterminer la distorsion du réseau ou la taille de domaine cohérent revient donc à étudier le terme de facteur de forme uniquement.

A partir de l'équation II.14 on peut montrer que l'intensité diffractée peut-être décrite comme une série de Fourier. Cet aspect revêt une importance particulière lors de l'analyse des cristaux imparfaits ou de très petites tailles, les coefficients des séries de Fourier de l'intensité diffractée offrant une description du cristal dans l'espace réel. En développant les deux sommes, l'équation II.14 s'écrit sous la forme suivante :

$$I(\vec{S}) \propto \|F(hkl)\|^2 \cdot \sum_{n'=1}^N \sum_{n=1}^N \exp\left(\frac{2i\pi}{\lambda} \cdot (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot (\vec{u}_n - \vec{u}_{n'})\right) \quad (\text{II.15})$$

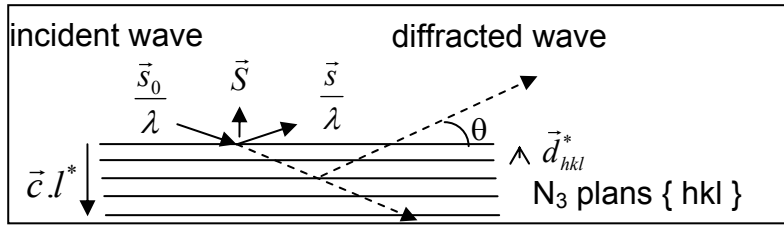


Fig. II.35 : Représentation des plans  $\{hkl\}$  diffractant (normaux au vecteur de diffraction)

Attardons nous maintenant sur l'effet de la distorsion du réseau cristallin sur les profils de raies de diffraction. Warren et Averbach (Warren & Averbach, 1950) ont démontré que les distorsions du réseau pouvaient être analysées à partir d'une décomposition en série de Fourier de l'intensité diffractée. Reprenons l'équation II.15 et appliquons le traitement effectué par Warren et Averbach (Warren & Averbach, 1950).

$$I(\vec{S}) \propto \|F(hkl)\|^2 \cdot \sum_{m'=1}^N \sum_{m=1}^N \exp\left(\frac{2i\pi}{\lambda} \cdot (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot (\vec{u}_m - \vec{u}_{m'})\right)$$

En posant  $\vec{u}_m = m_a \vec{a} + m_b \vec{b} + m_c \vec{c} + \delta m_a m_b m_c$  ; avec

$$\delta m_a m_b m_c = X_m \vec{a} + Y_m \vec{b} + Z_m \vec{c}$$

$\delta m_a m_b m_c$  est l'écart de la maille autour de sa position moyenne. C'est ce terme que l'on peut relier au champ de déplacement lié à un champ de contrainte.

On obtient :

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{m'=1}^N \sum_{m=1}^N \exp \left( 2i\pi \cdot \left\{ \begin{array}{l} h(m_a - m'_a) + k(m_b - m'_b) + l(m_c - m'_c) \\ + \left( \frac{\vec{s} - \vec{s}_0}{\lambda} \right) \cdot (\vec{\delta} m_a m_b m_c - \vec{\delta} m'_a m'_b m'_c) \end{array} \right\} \right) \quad (\text{II.16})$$

Seul le déplacement suivant la direction perpendiculaire au plan de diffraction peut être mesuré. Dans la suite, pour simplifier les calculs, on considère que le vecteur de diffraction est de type  $(00l)$ .

Le produit scalaire du vecteur de diffraction avec le vecteur de déplacement s'écrit alors :

$$\frac{2i\pi}{\lambda} (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot (\vec{\delta} m_a m_b m_c - \vec{\delta}' m'_a m'_b m'_c) \quad (II.17)$$

On considère que l'on est proche d'un nœud  $(00l)$ , c'est-à-dire que les déplacements sont faibles. Le produit scalaire (équation II.17) contient alors uniquement un terme du premier ordre. On a donc :

$$\frac{2i\pi}{\lambda} (\vec{s} - \vec{s}_0) \cdot (\vec{\delta} m_a m_b m_c - \vec{\delta}' m'_a m'_b m'_c) \approx 2\pi i S (Z_m - Z_{m'})$$

Par conséquent seuls les déplacements perpendiculaires aux plans de réflexion interviennent dans la fonction d'interférence (ici la direction  $[00l]$ ). De plus :

$$\frac{(\vec{s} - \vec{s}_0)}{\lambda} = l \vec{c}^*$$

L'équation II.16 devient :

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{m'=1}^N \sum_{m=1}^N \left\{ \frac{\sin \pi(m_a - m'_a)}{\pi(m_a - m'_a)} \cdot \frac{\sin \pi(m_b - m'_b)}{\pi(m_b - m'_b)} \cdot \exp[2i\pi l \{m_c - m'_c\}] \exp[2i\pi S (Z_m - Z_{m'})] \right\}$$

Comme les fonctions sinus cardinales ne prennent des valeurs significatives que pour  $m=m'$ , on a :

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{m'=1}^N \sum_{m=1}^N \exp[2i\pi S (Z_m - Z_{m'})] \exp[2i\pi l \{m_c - m'_c\}]$$

Posons  $Z_n = Z_m - Z_{m'}$  avec  $n = m_c - m'_c$  ;  $n$  représente un nombre de mailles séparant  $m$  et  $m'$  suivant la direction définie par  $\vec{S}$  (ici  $\vec{S}$  et  $\vec{c}^*$  sont colinéaires). Pour une valeur fixe de  $n$ , considérons  $N_n$  le nombre de cellule dans l'échantillon ayant un  $n^{\text{ème}}$  voisin dans la colonne et considérons la moyenne  $\langle \exp(2i\pi \cdot (Z_n) \cdot S) \rangle$  sur toutes ces paires dans la même colonne pour tout l'échantillon.

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{n'=1}^N \sum_{n=1}^N \exp[2i\pi S (Z_n)] \exp[2i\pi l \cdot n]$$



On peut montrer (Warren & Averbach, 1952) que la somme double peut s'écrire sous la forme d'une somme simple :

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{n=-\infty}^{n=+\infty} \frac{N_n}{N_3} \langle \exp(2i\pi \cdot (Z_n) \cdot S) \rangle \exp(2i\pi \cdot l \cdot n)$$

$N_n$  est le nombre moyen de  $n$  paires par colonne et  $N_3$  est le nombre moyen de cellules par colonne.

Comme il n'est pas usuel de travailler en nombre de mailles nous introduisons la variable continue  $L$  avec :

$L = n \cdot \|\vec{c}\|$  ;  $L$  est la distance séparant les mailles  $m$  et  $m'$ , on a :

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{L=-\infty}^{L=+\infty} \frac{L_n}{L_3} \langle \exp(2i\pi \cdot (Z_L) \cdot S) \rangle \exp(2i\pi \cdot S \cdot L) \quad (\text{II.18})$$

On constate que l'intensité diffractée correspond à la transformée de Fourier d'un terme de taille  $A_L^S = \left( \frac{L_n}{L_3} \right)$  et d'un terme de distorsion  $A_L^D = \langle \exp(2i\pi \cdot (Z_L) \cdot S) \rangle$ . Ces distorsions du réseau, ou les tailles de domaine, sont mesurées perpendiculairement aux plans diffractant.

L'expression de la transformée de Fourier de  $I(\vec{S})$  permet donc d'analyser les défauts d'un cristal à travers la transformée de Fourier de l'intensité diffractée. Nous allons nous attacher par la suite à décrire les modèles décrivant ce terme de taille et de distorsion en fonction des grandeurs physiques significatives de la microstructure.

## II.2 L'analyse des grandeurs caractéristiques des microstructures par la diffraction

Considérons la diffraction des rayons X par un matériau cristallin. Dans le cas idéal où le matériau ne présenterait aucun défaut, et où le réseau périodique pourrait être considéré comme infini, chaque pic de diffraction aurait l'allure d'un pic de Dirac.

Sources of strain	Peak aberrations				
	Peak shift	Peak broadening	Peak asymmetry	Anisotropic peak broadening	Peak shape
Dislocations		+	+	+	+
Stacking faults	+	+	+	+	+
Twinning	+	+	+	+	+
Microstresses		+			
Long-range internal stresses	+		+		
Grain boundaries	+	+			
Sub-boundaries	+	+			
Internal stresses	+				
Coherency strains	+	+	+		
Chemical heterogeneities	+	+	+		
Point defects					+
Precipitates and inclusions			+		+
Crystallite smallness		+		+	+

Tab. II.1 : Les effets des défauts cristallins et de la taille de domaine cohérent sur les profils de raie de diffraction (Ungár, 2004)

Les défauts cristallins comme les dislocations, les joints de grains ou les sous joints de grains introduisent des modifications locales des distances inter-atomiques ou un élargissement dû à la réduction du domaine d'intégration de l'intensité diffractée. Cela a pour effet de modifier les profils de diffraction. Les fautes dans l'arrangement des plans atomiques (macles et fautes d'empilement) induisent aussi des modifications du profil de raie. Celles-ci peuvent modifier la largeur du pic, sa position et sa symétrie (tableau II.1). L'influence des défauts est très complexe ; chaque défaut intervenant généralement sur plusieurs paramètres. Cela rend la différenciation de ces effets très complexe dans le cas comme des aciers TWIP où l'on a plusieurs types de défauts.

### II.2.1 Analyse des effets de taille et des effets de distorsion du réseau cristallin

Lorsque l'intensité diffractée provient d'un cristal qui ne peut plus être considéré comme de taille infinie, les raies de Bragg s'élargissent. C'est ce qu'on appelle l'effet de taille. Le maclage et les fautes d'empilement présentent un mécanisme analogue d'élargissement des raies de Bragg et ils sont considérés comme des effets de taille.

L'autre source d'élargissement des raies est la distorsion du réseau cristallin. Lorsque les atomes ne sont pas exactement disposés sur un réseau régulier, comme ce qui est induit par le champ de contrainte d'une dislocation, cela provoque aussi un élargissement des raies de diffraction.

#### II.2.1.1 Tendances générales des élargissements des raies de Bragg

L'analyse directe de l'état de contrainte et de la taille de grain à partir des élargissements des raies de diffraction est une technique couramment employée. Dans

un premier temps, nous allons décrire simplement ses principes avant de présenter plus rigoureusement ses fondements.

### II.2.1.1.1 Effet d'une petite taille de domaine cohérent

En se basant sur l'analogie avec les réseaux optiques, Scherrer (Scherrer, 1918) a montré en premier la possibilité de relier la largeur intégrale des raies de Bragg (B) aux dimensions apparentes des cristallites (M).

$$B = \frac{\lambda}{M \cos(\theta_0)} \quad (II.19)$$

$$\text{avec } B = \frac{\int_{-\infty}^{+\infty} I(2\theta) d(2\theta)}{I_{\max}}, \quad \theta_0 \text{ est l'angle de Bragg et } 2\theta \text{ la variable angulaire.}$$

L'équation II.19, dite relation de Scherrer, relie la largeur intégrale des pics de diffraction à une dimension apparente moyenne des cristaux. Si l'on change la variable angulaire et que l'on s'intéresse à l'intensité diffractée en fonction de la norme du vecteur de diffraction S l'équation II.19 devient :

$$\Delta S_{\text{int}} = \frac{1}{M} ; \quad \text{avec } S = \frac{2 \sin \theta}{\lambda} \quad (II.20)$$

L'équation II.20 donne une relation très simple entre la largeur intégrale de l'intensité diffractée et la taille de domaine après changement de variable. On constate que l'élargissement provenant d'une petite taille de domaine est indépendant du pic de diffraction mesuré. On a montré (équation II.18) que l'on pouvait décomposer l'intensité diffractée en une série de Fourier. On peut alors comprendre simplement la relation de Scherrer avec les figures II.36 à II.38. S est le vecteur de diffraction et L la variable d'espace.

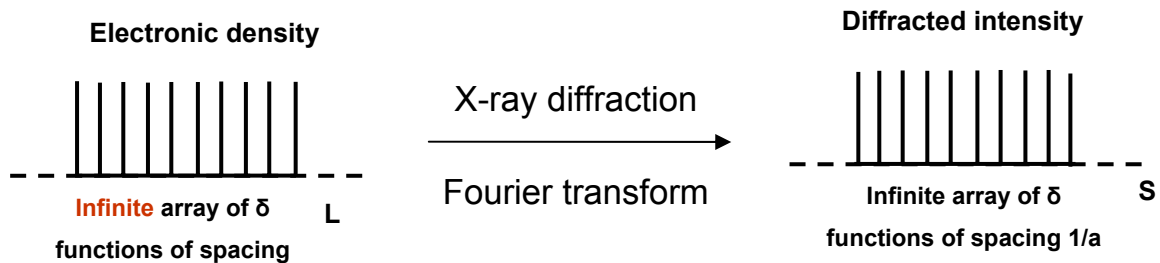


Fig. II.36 : Diffraction dans le cas d'un cristal parfait et infini

Dans le cas où l'on peut considérer que le cristal est infini, la diffraction sur les plans (hkl) revient à effectuer la transformée de Fourier d'une distribution infinie de pics

de Dirac. Par exemple la diffraction sur les plans (100) d'un cristal infini génèrera les pics (100), (200), (300), ...

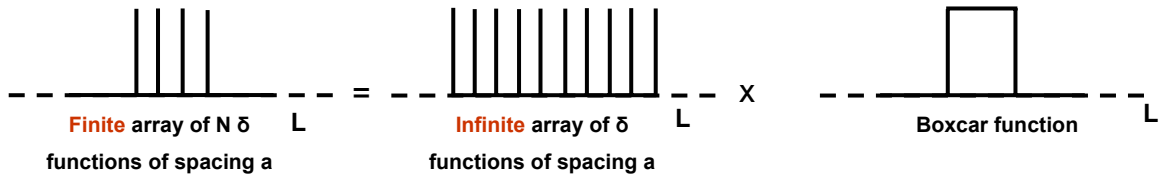


Fig. II.37 : Décomposition schématique du réseau cristallin de dimension finie en un peigne de Dirac et une fonction porte

Si le cristal est de dimension finie, la diffraction sera équivalente à la transformée de Fourier du produit d'une fonction porte et d'un peigne de Dirac infini (figure II.37). Comme la transformée de Fourier d'un peigne de Dirac est un peigne de Dirac, et comme la transformée de Fourier d'une fonction porte est une fonction sinus cardinal, le résultat après diffraction d'un tel réseau sera le produit de convolution d'un peigne de Dirac avec une fonction sinus cardinal (au carré), soit un peigne de fonctions sinus cardinal au carré (figure II.38).

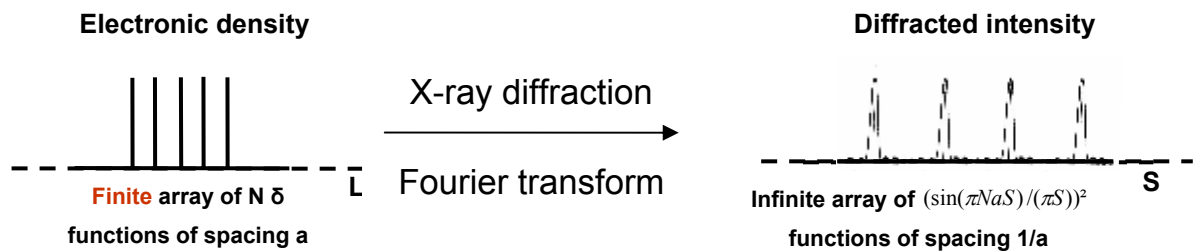


Fig. II.38 : Diffraction dans le cas d'un cristal parfait et de taille finie

On peut donc en conclure que dans le cas d'un domaine cohérent restreint, ce qui est le cas d'une petite taille de grain, les pics de diffraction vont s'élargir. La réduction de la dimension de la fonction porte élargit les fonctions sinus cardinaux de l'intensité diffractée. La largeur des fonctions est alors proportionnelle à 1/N (N étant la largeur du domaine cohérent). De plus, l'élargissement des raies est indépendant du vecteur de diffraction S.

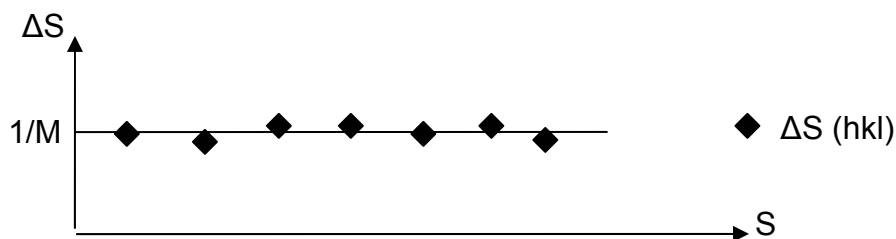


Fig. II.39 : Evolution de la largeur des pics de diffraction avec le vecteur de diffraction dans le cas d'une petite taille de domaine

On retrouve alors le résultat de la relation de Scherrer II.20, l'élargissement des raies de Bragg est inversement proportionnel à la taille de domaine cohérent. Si on mesure la largeur des pics de diffraction (hkl)  $\Delta S$  en fonction du vecteur de diffraction S, on trouve schématiquement le résultat donné dans la figure II.39.

### II.2.1.1.2 Effet d'une distorsion du réseau

L'analyse de l'effet de distorsion d'un réseau dans un cristal revient à analyser les distances inter-réticulaires. Dans un cristal à l'équilibre une distorsion du réseau va engendrer une dispersion de ses distances inter-réticulaires  $\Delta d_{hkl}$  autour d'une valeur moyenne  $d_{hkl}$ . Cette valeur moyenne  $d_{hkl}$  correspond à la distance inter-réticulaire intrinsèque au matériau. En reprenant la loi de Bragg, on a :

$$2d_{hkl}^0 \sin(\theta) = n\lambda$$

Les positions en S des pics de diffractions sont définies par :

$$S = \frac{2 \sin(\theta)}{\lambda} = \frac{1}{d_{hkl}^0}$$

En différenciant S, on obtient :

$$\frac{\delta(S)}{S} = \frac{1/d_{hkl} - 1/d_{hkl}^0}{1/d_{hkl}^0} = \varepsilon_{hkl}$$

On retrouve un résultat à la base de l'analyse des contraintes résiduelles. Le déplacement des pics  $\delta(S)$  est proportionnel au produit du vecteur de diffraction S, avec  $\varepsilon_{hkl}$  la déformation élastique. Si maintenant on considère une distribution de déformations élastiques  $\Delta \varepsilon_{hkl}$ , on trouve que celles-ci engendrent une distribution de position S formant un pic de diffraction de largeur  $S \Delta \varepsilon_{hkl}$ .

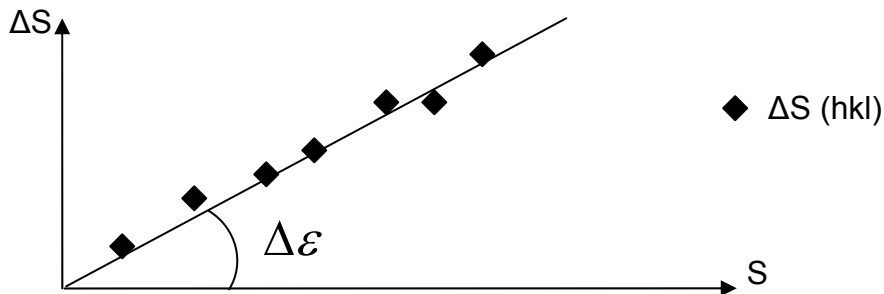


Fig. II.40 : Evolution de la largeur des pics de diffraction avec le vecteur de diffraction dans le cas d'une distorsion du réseau

On conclut donc que, dans le cas d'une distorsion du réseau on a des élargissements de pics de diffraction  $\Delta S$  proportionnels au vecteur de diffraction  $S$  (figure II.40).

### II.2.1.2 Analyse fine des imperfections d'un cristal

Les effets de réduction de taille de domaine cohérent et les effets liés aux distorsions du réseau cristallin se caractérisent par une dépendance différente avec le vecteur de diffraction. Dans les paragraphes qui vont suivre nous traiterons en détail leurs effets sur l'intensité diffractée.

#### II.2.1.2.1 Effet d'une réduction de la taille de domaine cohérent

Il convient de considérer deux types de réduction de taille de domaine. Le cas le plus classique, celui qui a été traité au paragraphe II.2.1.1.1, conduit à un élargissement indépendant du vecteur de diffraction. Dans les matériaux à faible EFE il a été établi que de nombreuses fautes d'empilement ou de macles pouvaient se former, notamment à travers la dissociation des dislocations parfaites. Ce genre de défaut engendre un type particulier de réduction de taille de domaine cohérent. Sa principale propriété est qu'elle dépend de l'indice  $hkl$  du pic de diffraction.

##### II.2.1.2.1.1 Effet d'une petite taille de domaine cohérent classique du type réduction de la taille de grain

Au paragraphe II.1.4, il a été montré que les défauts d'un cristal pouvaient être analysés via la transformée de Fourier de l'intensité diffractée. Bertaut (Bertaut, 1950) s'est intéressé à l'expression de l'équation II.18 dans le cas où l'on a uniquement des effets de taille. C'est-à-dire que  $A_L^D = \langle \exp(2i\pi \cdot (Z_L) \cdot S) \rangle = 1$ .

Soit la décomposition de l'intensité diffractée en série de Fourier (la partie imaginaire dans ce cas est nulle). Avec  $S = \frac{2 \sin \theta}{\lambda}$ ,  $L$  une variable de l'espace réel et

$A_L^S = \left( \frac{L_n}{L_3} \right)$  les coefficients réels de la série de Fourier de l'intensité diffractée on a :

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{-\infty}^{+\infty} A_L^S \cos 2\pi S \cdot L \quad (II.21)$$

Les coefficients de Fourier liés à la taille de cristallite  $A_L^S$  sont directement reliés à la distribution en taille des domaines cristallographiquement cohérents. D'après Bertaut (Bertaut, 1950) et en utilisant le formalisme développé par Wilson (Wilson, 1949) et repris par Warren et Averbach (Warren & Averbach, 1950), les

coefficients  $A_L^S$  sont reliés à  $p(r)$ , la distribution en taille des domaines cohérents cristallographiquement, de la façon suivante :

$$A_L^S = \frac{1}{M} \left\{ \int_{r=L}^{\infty} r \cdot p(r) dr - |L| \int_{r=|L|}^{\infty} p(r) dr \right\} \quad (II.22)$$

Bertaut (Bertaut, 1950) a montré que la dimension apparente, M, était reliée aux moyennes des diamètres cristallins suivant la normale au plan réflecteur (hkl).

Souvent  $p(r)$  est pris comme étant une distribution log-normale.

Intéressons nous à la dérivée du terme  $A_L^S$  :  $\frac{dA_L^S}{dL} = -\frac{1}{M} \left\{ \int_{r=|L|}^{\infty} p(r) dr \right\}$

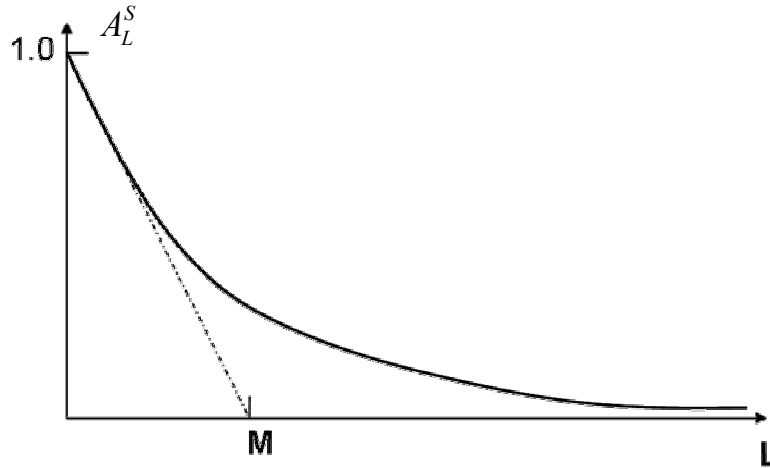


Fig. II.41 : Courbe représentant le coefficient de taille en fonction de la variable d'espace L

La dérivée à l'origine présente une valeur remarquable, elle est égale à  $-\frac{1}{M}$ .

La taille M peut donc être déterminée graphiquement suivant la méthode de la pente initiale (figure II.41). La tangente à l'origine coupe l'axe L pour une valeur M, longueur moyenne de la colonne.

La dérivée seconde de  $A_L^S$  permet de retrouver expérimentalement  $p(r)$ . On a :

$$\frac{d^2 A_L^S}{dL^2} = -\frac{p(r)}{M} \quad (II.23)$$

Il est en pratique très difficile de retrouver  $p(r)$  en calculant la dérivée seconde de  $A_L^S$ . Bien souvent on doit supposer que la distribution en taille est d'un certain type

(généralement une distribution log normale) et on détermine les paramètres  $M$  et  $s_0$  de la distribution à partir du profil de  $A_L^S$  ou directement à partir du profil de l'intensité diffractée. La méthode de la dérivée seconde se limitera au cas où le signal sur bruit est excellent et où il n'y a pas à séparer le terme de taille  $A_L^S$  d'un terme de distorsion du réseau.

II.2.1.2.1.2 Le maclage et les fautes d'empilement comme source d'élargissement des raies de diffraction dans les matériaux CFC

Dans les matériaux cubiques à faces centrées l'empilement des plans (111) est de type ABCABC (figure I.3). On dénombre trois types de fautes dans les matériaux CFC (figure II.42):

- les fautes d'empilement intrinsèques
- les fautes d'empilement extrinsèques
- les joints de macles

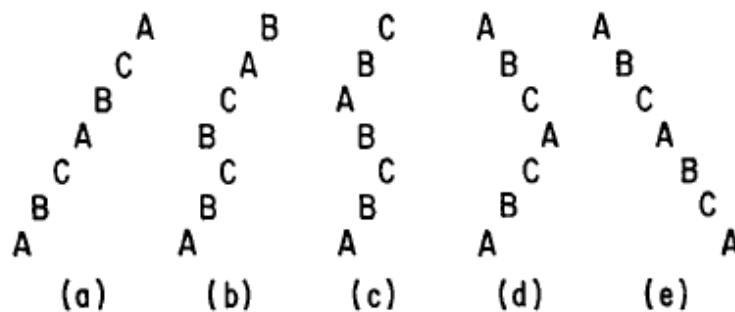


Fig. II.42 : Séquences d'empilement : (a) empilement normal des CFC ; (b) faute intrinsèque ; (c) faute extrinsèque ; (d) faute d'un joint de macle ; (e) empilement du cristal maclé

On notera  $\alpha'$  la probabilité de faute d'empilement intrinsèque, soit la probabilité qu'un plan (111) corresponde à une faute d'empilement. De la même façon  $\alpha''$  sera la probabilité de faute extrinsèque et  $\beta$  la probabilité de faute liée à un joint de macle.

La caractérisation des effets en diffraction de ces fautes dans ce type d'empilement est basé sur le traitement par Wilson (Wilson, 1942). Celui-ci a considéré les fautes dans les matériaux hexagonaux. Paterson (Paterson, 1952) et Warren (Warren, 1959) ont ainsi calculé les effets des fautes sur le facteur de forme dans le cas où :

- les probabilités  $\alpha'$ ,  $\alpha''$  et  $\beta$  sont faibles



- les fautes s'étendent sur tout le domaine diffractant cohérent
- la répartition des fautes est aléatoire
- un seul système {111} est activé par domaine cohérent (généralement le grain)

En utilisant l'approximation de la colonne, ces auteurs ont pu relier ces fautes aux transformées de Fourier de l'intensité diffractée. Les influences des fautes sur l'élargissement, le déplacement et l'asymétrie des pics de diffraction sont alors déduites de l'expression de la transformée de Fourier. Le détail des calculs peut être trouvé dans la littérature (Warren, 1959, 1990).

Afin de simplifier le formalisme des calculs, Warren utilise des axes hexagonaux pour décrire le réseau cubique et comme plan de faute le plan (111).

L'élément le plus important à retenir de cette théorie est qu'elle introduit une anisotropie de comportement suivant le triplet (h,k,l) que l'on considère. Ainsi, en fonction de l'orientation du joint de macle ou de la faute d'empilement avec le vecteur de diffraction, ceux-ci introduisent un déphasage du facteur de structure ou non.

Posons :  $L_0 = h+k+l$ , la somme des indices des plans diffractant

$L_0 = 3p \pm 1$  : p est un entier ; cette condition définit le triplet hkl comme b (pour broadened)

par exemple (11-1):  $L_0 = 1 = 3 \cdot 0 - 1$  ; le pic est affecté

$L_0 = 3p$  : p est un entier; cette condition définit le triplet hkl comme u (pour unbroadened)

par exemple (111):  $L_0 = 3 = 3 \cdot 1 + 0$  ; le pic n'est pas affecté

Dans ce cas, ceux-ci n'affectent pas le phénomène de diffraction.

#### II.2.1.2.1.2.1 Effet des fautes sur l'élargissement des raies de Bragg

Avec les hypothèses de Warren, les coefficients  $A_n$  (n un nombre de mailles) peuvent s'écrire de la façon suivante :

$$A_n = 1 - \frac{|n|}{\|\vec{c}^*\|} \left( \frac{1}{M} + \frac{(1.5\alpha + \beta)|L_0|}{ah_0} \right)$$

avec  $h_0^2 = h^2 + k^2 + l^2$

a est le paramètre de maille du réseau CFC.

Lorsque  $L_0=3p$ , les fautes n'élargissent pas le pic de diffraction considéré et  $\frac{(1.5\alpha + \beta)|L_0|}{ah_0} = 0$ .

Dans le cas d'une poudre, toutes les orientations sont représentées. Si on réalise la moyenne sur les différentes valeurs possible des triplets (hkl), on a alors :

$$A_n = 1 - \left( \frac{1}{u+b} \right) \frac{|n|}{\|\vec{c}^*\|} \left( \sum_{u+b} \frac{1}{M} + \sum_b \frac{(1.5\alpha + \beta)|L_0|}{ah_0} \right)$$

La somme sur b correspond à la somme sur toutes les orientations pour lesquelles  $L_0 \neq 3p$ .

$\alpha = \alpha' + \alpha''$ , la probabilité de faute d'empilement apparente correspond à la somme des fautes intrinsèques et extrinsèques. On verra que pour les déplacements de pic ce n'est pas le cas.

$M$  est la taille de domaine cohérent lié à la taille du cristal. Considérons  $L$ , la variable d'espace réel des coefficients de Fourier.

$$L = \frac{|n|}{\|\vec{c}^*\|} = |n| \|\vec{c}\|$$

$$A_L \approx 1 - L \left\{ \frac{1}{M} + \frac{(1.5\alpha + \beta)}{h_0(u+b)a} \sum_b |L_0| \right\}$$

On retrouve une expression semblable au coefficient réel de la série de Fourier dans le cas d'une petite taille de domaine cristallographiquement cohérent avec notamment la propriété de la tangente à l'origine qui donne la taille de domaine moyenne.

La différence fondamentale avec un simple effet de taille tient à l'introduction d'un facteur de contraste sur la taille de domaine cohérent en fonction de la raie h, k, l observée. Comme en microscopie électronique à transmission les fautes d'empilements et les macles peuvent apparaître avec un contraste plus ou moins élevé. On parle alors d'anisotropie de l'élargissement. Les différentes valeurs de ces facteurs de contraste sont listées en annexe A.

Lorsque l'on a à la fois une petite taille de domaine et un phénomène de faute, la valeur moyenne de la taille de domaine  $M$  mesurée est appelée taille de domaine effective, notée  $M_{\text{eff}}$ . On considère que l'inverse de la taille de domaine effective est le résultat de la somme des inverses des tailles de domaine classiques et des tailles de domaine des fautes.

$$\frac{1}{M_{eff}} = \frac{1}{M} + \left\{ \frac{(1.5\alpha + \beta)}{a} \langle W_{hkl} \rangle \right\} \quad (II.24)$$

$$\text{avec } \langle W_{hkl} \rangle = \frac{1}{h_0(u+b)} \sum_b |L_0|$$

Par analogie avec le traitement des petites tailles de domaine réalisé par Bertaut (Bertaut, 1950) et par Warren et Averbach (Warren & Averbach, 1950) et en appliquant la formule de Scherrer (Scherrer, 1918) on peut relier la taille de domaine effective à l'élargissement de la raie de Bragg.

$$\Delta S_{int} = \frac{1}{M_{eff}} = \frac{1}{M} + \langle W_{hkl} \rangle \frac{(1.5\alpha + \beta)}{a} \quad (II.25)$$

#### II.2.1.2.1.2.2 Effet du maillage sur l'asymétrie des profils

Les coefficients liés à la partie imaginaire de la série de Fourier sont proportionnels à la densité de joints de macles  $\beta$ . On utilise rarement directement l'expression complète des coefficients imaginaires du fait du manque de précision sur la détermination expérimentale de ces coefficients. Pour une estimation qualitative de la densité de maillage on pourra se référer à la méthode de Wagner.

Wagner (Wagner, 1957b, 1957a) a montré que l'on pouvait relier la probabilité  $\beta$  à l'asymétrie des profils de raie dans l'espace réciproque. En particulier on peut relier  $\beta$  à l'écart entre la position du maximum d'intensité et la position du centre de gravité (Cohen & Wagner, 1962).

$$\Delta CG(^{\circ}2\theta) = \frac{360 \ln 2}{\pi^2 \sqrt{3}} \frac{1}{u+b} \beta \sum_b (\pm) \frac{L_0}{|L_0|}$$

$\pm$  est le signe défini par  $L_0 = 3p \pm 1$ .

En posant  $\langle A_{hkl} \rangle = \frac{1}{u+b} \sum_b (\pm) \frac{L_0}{|L_0|}$ , on obtient :

$$\Delta CG(^{\circ}2\theta) = \left[ \frac{360 \ln 2}{\pi^2 \sqrt{3}} \langle A_{hkl} \rangle \right] \beta$$

Les coefficients  $\langle A_{hkl} \rangle$  sont donnés en annexe A.

#### II.2.1.2.1.2.3 Effet des fautes d'empilement sur le déplacement des pics de diffraction

Les fautes d'empilements, qu'elles soient intrinsèques ou extrinsèques engendrent des déplacements des positions des pics de diffraction. Ces déplacements des pics peuvent s'exprimer directement à partir de la probabilité de fautes et de paramètres liés à la raie hkl considérée (Paterson, 1952). Paterson a montré que l'on pouvait relier  $\alpha$ , la probabilité de faute apparente, à la variation de la position du maximum d'intensité par rapport à un échantillon de référence (généralement recristallisé).

$$\Delta(2\theta)^\circ = \frac{90\sqrt{3} \tan \theta}{\pi^2} \alpha \frac{1}{h_0^2(u+b)} \sum_b (\pm)L_0$$

avec  $\langle V_{hkl} \rangle = \frac{1}{h_0^2(u+b)} \sum_b (\pm)L_0$  (fournies en annexe A) on a :

$$\Delta(2\theta)^\circ = \frac{90\sqrt{3} \tan \theta}{\pi^2} \alpha \langle V_{hkl} \rangle$$

On peut exprimer cette relation en unité S :  $\frac{\delta(S)}{S} \Big|_\alpha = \frac{\sqrt{3}}{4\pi} \langle V_{hkl} \rangle > \alpha$

Afin de réduire l'incertitude sur le calcul de  $\alpha$ , sa valeur est généralement déterminée à partir de la variation de l'écart entre les pics (111) et (200) pour l'échantillon recristallisé et l'échantillon déformé. Si on suppose que l'échantillon recristallisé est libre de toute faute d'empilement on a :

$$(\Delta 2\theta_{200} - \Delta 2\theta_{111})^\circ = \frac{-90\sqrt{3}}{\pi^2} \alpha \left( \frac{\tan \theta_{200}}{2} + \frac{\tan \theta_{111}}{4} \right) \quad (II.26)$$

#### II.2.1.2.1.2.4 Effet des fautes d'empilement intrinsèques et extrinsèques

Il existe deux types de fautes d'empilement, les fautes intrinsèques et les fautes extrinsèques (II.42). Pour le déplacement de pic, on a ;  $\alpha = \alpha' - \alpha''$ .

On peut réécrire les équations II.24 et II.26 de la façon suivante :

$$\frac{1}{M_{eff}} = \frac{1}{M} + \left\{ \frac{(1,5(\alpha' + \alpha'') + \beta)}{h_0(u+b)a} \sum_b |L_0| \right\} \quad (III.24 \text{ bis})$$

$$\Delta(2\theta_{200} - 2\theta_{111})^\circ = \frac{-90\sqrt{3}}{\pi^2} (\alpha' - \alpha'') \left( \frac{\tan \theta_{200}}{2} + \frac{\tan \theta_{111}}{4} \right) \quad (II.26 \text{ bis})$$

On notera que si l'on a une prédominance des fautes d'empilement extrinsèques ( $\alpha'' > \alpha'$ ) les pics (111) et (200) au lieu de se rapprocher s'éloignent l'un de l'autre.

### II.2.1.2.2 Analyse fine de l'effet d'une distorsion du réseau provoquée par une densité de dislocations

L'élargissement des pics de Bragg introduit par le maclage et les fautes d'empilement, contrairement à une réduction de la taille de grain, dépend de la raie (hkl) considérée. Nous allons voir maintenant que dans le cas d'une distribution de dislocations les élargissements sont eux aussi fonction des raies (hkl).

#### II.2.1.2.2.1 Influence du champ de contrainte sur le facteur de forme

Attardons nous maintenant sur l'effet de la distorsion du réseau cristallin sur les profils de raies de diffraction. Warren et Averbach (Warren & Averbach, 1950) ont démontré que les distorsions du réseau pouvaient être analysées à partir d'une décomposition en série de Fourier de l'intensité diffractée (paragraphe II.1.4, équation II.18).

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{L=-\infty}^{L=+\infty} A_L^S \langle \exp(2i\pi.(Z_L).S) \rangle \exp(2i\pi.S.L)$$

Si l'on considère que l'on a un cristal de dimension infinie, alors  $A_L^S = 1$  et on a :

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{L=-\infty}^{L=+\infty} \langle \exp(2i\pi.(Z_L).S) \rangle \exp(2i\pi.S.L)$$

L'analyse de la transformée de Fourier de  $I(\vec{S})$  permet de retrouver le terme  $\langle \exp(2i\pi.(Z_L).S) \rangle$  caractérisant la distorsion moyenne du réseau.

Si l'on analyse l'intensité diffractée en terme de transformé de Fourier on a :

$$I(\vec{S}) \propto \sum_{L=-\infty}^{L=+\infty} \{A_L \cos(2\pi.L.S) + B_L \sin(2\pi.L.S)\}$$

$$\text{avec } A_L = \langle \cos(2\pi.S.Z_L) \rangle$$

$$\text{et } B_L = -\langle \sin(2\pi.S.Z_L) \rangle$$

Le terme  $B_L$  introduit un caractère asymétrique du profil de raie. L'analyse de la distorsion du réseau se limite généralement à l'évaluation de  $A_L$ . Ce dernier ne dépend que des déplacements relatifs perpendiculaires aux plans de réflexion. Pour de petites valeurs de L et si les valeurs de  $Z_L$  sont faibles, ou si elles suivent une distribution

Gaussienne  $p(Z_L) = C \cdot \exp(-\nu^2 Z_L^2)$ , les coefficients  $A_L$  peuvent être exprimés avec une exponentielle.

$$A_L \propto \langle \cos(2\pi \cdot S \cdot Z_L) \rangle \rightarrow \exp(-2\pi^2 (S)^2 \langle Z_L^2 \rangle) \quad (II.27)$$

Intéressons nous maintenant à l'interprétation physique du terme  $\langle Z_L \rangle$ . Il correspond à la moyenne de la différence de position entre deux mailles distantes de  $L$  suivant l'axe perpendiculaire au plan de réflexion. C'est ce terme que l'on cherchera par la suite à relier au champ de déplacement provoqué par une distribution de dislocations. En somme on exprimera la dépendance en  $L$  de  $Z_L$  en fonction des paramètres de la distribution de dislocations.

#### *II.2.1.2.2.2 Cas d'une unique dislocation vis dans un cylindre*

L'analyse des coefficients réels de la série de Fourier ou de la partie réelle de la transformée de Fourier permet de mettre en évidence un terme,  $\langle Z_L^2 \rangle$ , appelé fréquemment la contrainte carrée moyenne. Il est cependant difficile d'interpréter quantitativement  $\langle Z_L^2 \rangle$ . On cherche alors à relier ce paramètre à des grandeurs physiques telles que la densité de dislocations. Krivoglaz (Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963a, 1963b) est le premier à avoir élaboré un modèle permettant de relier la densité moyenne de dislocations à partir d'un arrangement aléatoire des dislocations contenu dans un cylindre. Ces calculs sont basés sur une description très particulière de l'arrangement des dislocations. Celles-ci sont réparties aléatoirement mais les dislocations, toutes vis, sont linéaires et parallèles. Ce faisant il a pu utiliser une expression simple du champ de déplacement déterminé par Eshelby (Eshelby, 1953). Celui-ci a déterminé l'expression analytique du champ de déplacement engendré par une dislocation vis dans un cylindre de hauteur infinie (cas d'un fil fin).

Il a considéré le cas d'une dislocation de longueur infinie dont la ligne est suivant un axe (0z). Dans ce cas le déplacement  $Z_m$  est indépendant de  $z$  et parallèle à l'axe (0z). Si l'on considère que les déplacements sont nuls sur le cylindre de rayon  $R$ , une dislocation de vecteur de burger  $b$ , au point ( $x=\xi$  et  $y=0$ ) engendre le champ de déformation  $Z_m$  :

$$Z_m = \frac{b}{2\pi} \tan^{-1} \frac{y}{x-\xi} - \frac{b}{2\pi} \tan^{-1} \frac{y}{x-R^2/\xi} \quad (II.28)$$

On peut alors calculer le terme  $\langle Z_L^2 \rangle$  pour une dislocation à partir de  $Z_{m'} - Z_m$  en définissant au préalable la direction dans laquelle on mesure ces déplacements.

Krivoglaz et co-auteurs (Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963a, 1963b) ont ainsi calculé une expression de  $\langle Z_L^2 \rangle$  en fonction de la densité de dislocations.

La « visibilité » des déplacements induits par une dislocation dépend fortement de la direction du vecteur de diffraction  $\vec{S}$  par rapport à la dislocation. Par exemple si l'on considère que  $\vec{S}$  est suivant l'axe (0z), on mesure par diffraction les déplacements suivant cet axe. Or on remarque immédiatement que dans ce cas :  $Z_n = Z_m - Z_m = 0$ . Dans cette direction, la dislocation n'engendre pas de variation de déplacement du réseau visible par diffraction. Par conséquent, la dislocation n'engendre pas d'élargissement de la raie de diffraction. Dans un cas similaire, en microscopie en transmission, on dirait que le contraste de la dislocation est nul. On voit bien que la capacité qu'une dislocation a d'élargir une raie de Bragg dépend fortement de la configuration de celle-ci avec le plan diffractant. Cela nous amène à définir le facteur de contraste des dislocations.

#### II.2.1.2.2.3 Le facteur de contraste des dislocations

Le facteur de contraste est lié à trois éléments. Le champ de déformation n'est pas isotrope, il dépend de la nature des dislocations et les déplacements qui peuvent être mesurés par rayons X sont ceux suivant l'axe défini par le vecteur de diffraction  $\vec{S}$ .

On rappelle que le champ de déformation est relié au champ de contrainte à l'aide de l'expression du tenseur de la loi de Hooke généralisée. Ce tenseur relie le tenseur des contraintes à celui des déformations. Dans le cas des matériaux à symétrie cubique, celui-ci n'a que trois variables indépendantes :  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$  :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{32} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{21} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{21} \end{pmatrix}$$

Le calcul du facteur de contraste dépend d'une fonction trigonométrique  $F(\varphi)$  liée aux projections du vecteur de diffraction sur le plan perpendiculaire à la ligne de dislocation  $\perp$  suivant  $\mathbf{e}_3$  (figure II.43).  $\gamma_i$  et  $\gamma_j$  sont les cosinus directeurs du vecteur de diffraction dans le plan xy.  $u_i$  est le vecteur de déplacement du champ de la

dislocation et  $\varepsilon_{ij} = \frac{\partial u_i}{\partial x_j}$  est le vecteur de la distorsion du réseau qui dépend des constantes élastiques du tenseur des déformations.

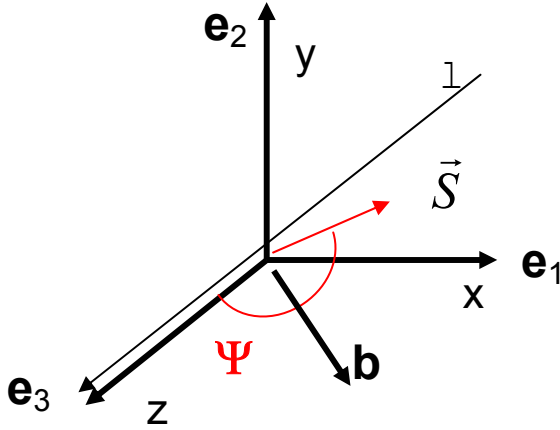


Fig. II.43 : Système de coordonnées utilisé pour définir le facteur de contraste d'une dislocation linéaire. Le vecteur  $\mathbf{e}_3$  pointe dans la direction de la ligne de dislocation,  $\mathbf{e}_2$  est perpendiculaire au plan de glissement. L'angle  $\Psi$  est l'angle entre  $\vec{S}$  et  $\vec{l}$

$$C = \frac{1}{\pi} \int_0^{2\pi} d\varphi F^2(\varphi) \quad (II.29)$$

avec  $\varphi$  l'angle défini par :  $\vec{S} \times \vec{l} \cdot \vec{b} = S l b \sin \Psi \sin \varphi$ ,  $F(\varphi)$  la fonction reliée aux cosinus directeurs du vecteur de diffraction dans le plan xy (Ungár *et al.*, 1999):

$$F(\varphi) = \sum_{i=1}^3 \sum_{j=1}^2 \gamma_i \gamma_j \beta_{ij}(\varphi) \quad (II.30)$$

$\beta_{ij}(\varphi)$  la fonction reliée au vecteur de la distorsion du réseau :

$$\beta_{ij}(\varphi) = \frac{2\pi r}{b} \frac{\partial u_i}{\partial x_j} \quad (II.31)$$

#### II.2.1.2.2.3.1 Facteur de contraste dans un matériau isotrope

Dans le cas des matériaux CFC élastiquement isotropes, on a :

$$A_i = 2c_{44} / (c_{11} - c_{12}) = 1 \quad (II.32)$$

Dans ce cas, par exemple pour l'aluminium, le facteur de contraste va être défini par le vecteur de burgers, le vecteur de ligne de la dislocation et le vecteur de



diffraction seulement. L'expression du facteur de contraste dans le cas vis et le cas coin (Wilkens, 1970) (Borbely *et al.*, 2003) est donné ci-dessous.

$$C = \begin{cases} \cos^2 \Psi \sin^2 \Psi, & \text{vis} \\ \sin^4 \Psi \frac{1}{8(1-\nu)^2} [1 - 4\nu + 8\nu^2 + 4(1-2\nu) \sin^2 \varphi] & \text{coin} \end{cases} \quad (\text{II.33})$$

$\Psi$  est l'angle entre le vecteur de diffraction S et le vecteur de ligne l,  $\nu$  est le coefficient de Poisson.

On pourra trouver l'expression analytique de C dans les cas intermédiaires (Wilkens, 1970) mais on se contente généralement d'une valeur de C calculée comme une moyenne des contributions coin et vis. Cette hypothèse est raisonnable car la superposition des champs de déplacement est incluse dans tout modèle élastique. On peut donc faire une moyenne pondérée des facteurs de contraste de dislocations vis et coin si l'on suppose que l'on n'a pas de dislocations mixtes.

#### II.2.1.2.2.3.2 Facteur de contraste dans un matériau anisotrope

Dans le cas le plus complexe d'un matériau anisotrope, c'est-à-dire pour lequel :

$$A_i = 2c_{44} / (c_{11} - c_{12}) \neq 1$$

Le facteur de contraste va être défini par le vecteur de burgers, le vecteur de ligne de la dislocation et le vecteur de diffraction mais aussi par les constantes élastiques du tenseur des déformations (figure II.43). Il suffit en fait de connaître  $A_i$  et le rapport  $c_{11}/c_{12}$  pour pouvoir calculer le facteur de contraste (Ungár *et al.*, 1999). Andréas Borbély a mis au point un programme en ligne pour calculer le facteur de contraste des dislocations dans les cas les plus courants à partir des constantes élastiques du tenseur des contraintes ( $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$ ) (Borbely *et al.*, 2003). On pourra retrouver le programme sur le web à l'adresse suivante :

<http://metal.elte.hu/anizc/>

Dans le cas des matériaux cubiques le facteur de contraste moyen est le résultat d'une fonction linéaire au quatrième ordre des indices de Miller (T. Ungár, 1999).

$$\bar{C} = A - B(h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2)/(h^2 + k^2 + l^2)^2 \quad (\text{II.34})$$

où A et B dépendent des constantes élastiques  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  et  $c_{44}$ . A correspond au facteur de contraste des raies  $h00$ .

En posant  $H^2 = (h^2k^2 + h^2l^2 + k^2l^2)/(h^2 + k^2 + l^2)^2$  on peut écrire  $\bar{C}$  sous la forme suivante :

$$\bar{C} = \bar{C}_{h00}(1 - qH^2) \quad (II.35)$$

Les valeurs de q et de  $C_{h00}$  ont été tabulées pour les cas des trois premières raies du spectre des CFC (111), (200) et (220) dans le cas des dislocations vis et coin (Ungár *et al.*, 1999).

#### II.2.1.2.2.4 Cas d'un arrangement aléatoire des dislocations

Krivoglaz (Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963a, 1963b) est le premier à avoir élaboré un modèle permettant de relier la densité de dislocations moyenne d'un arrangement aléatoire de dislocations à l'expression des coefficients de Fourier calculés à partir de l'intensité diffractée. Dans ce cas précis ils sont de la forme:

$$A(L) = \exp \left\{ -\rho \Lambda |L|^2 \ln \frac{R}{|L|} \right\} \quad (II.36)$$

avec  $\Lambda = \frac{\pi}{2} \bar{C} b^2 S_b^2$ , L est la variable de la transformé de Fourier (espace réel),  $\rho$  est la densité de dislocations,  $\bar{C}$  est le facteur de contraste moyen, b le vecteur de Burgers des dislocations,  $S_b$  est le vecteur de diffraction au maximum d'intensité et R est la taille des cylindres pris dans le calcul du champ de déplacement (paragraphe II.2.1.2.2.2).

Ce modèle a permis de déterminer des densités de dislocations en bon accord avec des comptages réalisés en microscopie sur un monocristal NaCl pour les stades II et III de la déformation des matériaux à forte EFE (K. H. Matucha, 1969).

Le principal défaut de ce modèle est que lorsque L augmente la transformée de Fourier diverge. De plus, le modèle de distribution aléatoire de dislocations n'est pas compatible avec l'énergie stockée par les dislocations dans les métaux CFC (Kronmüller & Wilkens, 1969).

Wilkens (Wilkens, 1970) a repris ce modèle et lui a appliqué une distribution qu'il a dénommé distribution aléatoire restreinte ("resticted random distribution"). Dans ce modèle de distribution le cristal de section  $F_0$  contenant  $N_0$  dislocations parrallèles est décomposé en  $p^2$  cylindres de hauteur infinie et de côté  $R_e$ . Chaque cylindre contient le même nombre  $N_p$  de dislocations et c'est à l'intérieur de chaque cylindre que la répartition des dislocations est véritablement aléatoire.

Ce modèle a été développé en considérant des dislocations vis mais il a été montré expérimentalement (Wilkins, 1988) et par calcul numérique (Kamminga & Delhez, 2000) qu'il était tout aussi valable pour les dislocations coin.

D'après M. Wilkins (Wilkins, 1970), dans le cas d'une distribution aléatoire de dislocations, le coefficient de la série de Fourier  $A_L^D$  s'écrit, pour une raie de vecteur de diffraction S, sous la forme :

$$A_L^D = \exp\left\{-\frac{\pi}{2} S_b^2 b^2 L^2 \sum_i C_i \rho_i f(\eta_i)\right\} \quad (\text{II.37})$$

avec :

$$\eta_i = \frac{|\sin(\vec{S}, \vec{l}_i)| L}{2(R_e)} \exp((K_\mu) - 1/4), K_\mu = \frac{7}{3} - 2 \ln 2 + \ln |\vec{S} \vec{b}_i| \text{ et } f \text{ une fonction}$$

dépendante de la densité et de la nature des dislocations ainsi que de  $R_e$ .

$\vec{b}$  est le vecteur de Burgers des dislocations,  $\vec{l}$  est le vecteur de ligne des dislocations et  $R_e$  est le rayon de coupure externe des dislocations. Les indices  $i$  correspondent à un des douze systèmes possibles pour un type de dislocation, chaque système peut avoir sa propre densité de dislocations  $\rho_i$ .

On remplace généralement le paramètre  $R_e$  par un paramètre sans dimensions  $m$ . Celui-ci est lié à  $R_e$  par la relation suivante :  $m = R_e \sqrt{\rho}$ . Dans le cas où les effets de texture sont négligeables on pourra prendre l'approximation suivante :

$$A_L^D = \exp\left\{-\frac{\pi}{2} S_b^2 b^2 L^2 \bar{C} \rho f\left(0.3894 \frac{L}{R_e}\right)\right\} \quad (\text{II.38})$$

Lorsque  $m \gg 1$  on a une distribution des dislocations de type forêt de dislocations. Lorsque  $m \approx 1$  les dislocations sont arrangées en cellules ou en dipôles.  $m$  se détermine à partir du profil de la raie de diffraction.

La fonction  $f(\eta)$  (équation II.37) constitue la véritable avancée par rapport au modèle aléatoire de Krivoglaz (équation II.36). Son expression est complexe mais ne constitue pas un obstacle avec les outils de calcul numérique dont nous disposons aujourd'hui. Cette fonction est définie différemment pour deux domaines de valeurs de  $\eta$ . Celui correspondant à  $\eta < 1$  et celui pour lequel  $\eta > 1$ .

pour  $\eta < 1$ , c'est-à-dire  $L < 2.5 \cdot R_e$ :

$$f(\eta) = \left( \begin{array}{l} -\ln(\eta) + \frac{7}{4} - \ln(2) + \frac{512}{90\pi\eta} \\ + \frac{2}{\pi} \left(1 - \frac{1}{4\eta^2}\right) \int_0^{\eta} \frac{\arcsin x}{x} dx - \frac{1}{\pi} \left( \frac{769}{180\eta} + \frac{41}{90}\eta + \frac{2}{90}\eta^3 \right) \sqrt{1-\eta^2} \\ - \frac{1}{\pi} \left( \frac{11}{12\eta^2} + \frac{7}{2} + \frac{1}{3}\eta^2 \right) \arcsin(\eta) + \frac{\eta^2}{6} \end{array} \right) \quad (II.39)$$

pour  $\eta > 1$ , c'est-à-dire  $L > 2.5 \cdot R_e$ :

$$f(\eta) = \frac{512}{90\pi\eta} - \frac{1}{\eta^2} \left( \frac{11}{24} + \frac{1}{4} \ln(2\eta) \right) \quad (II.40)$$

En pratique la transformée de Fourier de l'intensité de diffractée  $A_L^D$  est souvent très faible lorsque  $\eta > 1$  si bien que l'expression de cette fonction pour  $\eta > 1$  n'est généralement pas nécessaire.

#### II.2.1.2.2.5 Cas d'une distribution de dislocations présentant une variance élevée

Une des limitations du modèle de Wilkens est qu'il prévoit des profils symétriques pour les pics de diffraction. Or ceux-ci présentent généralement une certaine asymétrie. Le modèle de Wilkens, de par sa conception, est limité aux cristaux présentant une distribution de dislocations homogène. Ce modèle ne peut permettre de retrouver les profils de raie de diffraction dans le cas de cristaux qui ont des distributions de dislocations très inhomogène. Par exemple dans le cas de l'étude d'un monocristal de cuivre fortement déformé (Ungár *et al.*, 1984) il a été observé des profils de raie très asymétriques. Les profils ont pu être reconstruits en considérant un modèle composite, le cuivre présentant schématiquement deux populations de dislocations homogènes. La première population a une densité élevée et correspond aux parois de cellules de dislocations et la seconde a une faible densité et correspond à l'intérieur des cellules. Cette méthode a permis de relier les différences de contrainte d'écoulement entre ces deux zones aux contraintes internes à longue distance (Mughrabi, 1983).

Groma, Ungár et Wilkens (Groma *et al.*, 1988) et Groma (Groma & Szekely, 2000) ont étendu le modèle de Wilkens en deux temps. D'abord avec l'introduction de plusieurs distributions de dislocations. A chaque cylindre ne correspond plus le même nombre de dislocations, ils ont introduit une distribution de valeurs de  $N_p$ ,  $N_p$  étant le nombre de dislocations par cylindre. Ainsi avec ce modèle on peut non seulement calculer une densité de dislocations mais aussi la variance de celle-ci. L'asymétrie des

profils de raie est expliquée par un terme lié à la présence de dipôles de dislocations, c'est à dire une corrélation entre les dislocations de signe opposés. Par exemple la formation d'un mur de dislocations dipolaires peut-être schématisée de la façon suivante :



Fig. II.44 : Mur de dislocations dipolaires

Pour de petites valeur de L ce modèle offre une expression de  $\ln[A(L)]$  relativement simple analytiquement :

$$\ln[A(L)] = \left( \begin{array}{l} -\Lambda \langle \rho \rangle L^2 \ln\left(\frac{R_1}{L}\right) \\ + \frac{1}{2} \Lambda^2 [\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2] L^4 \ln\left(\frac{R_3}{L}\right) \ln\left(\frac{R_4}{L}\right) + i \langle P\rho \rangle L^3 \ln\left(\frac{L}{R_2}\right) \end{array} \right) \quad (II.41)$$

P est le terme lié au caractère polaire des distributions de dislocations.

$\Lambda$  est un terme lié au facteur de contraste moyen des dislocations et à leur nature, on a :

$$\Lambda = \frac{\pi}{2} \bar{C} b^2 S_b^2, \quad S_b \text{ est la position du maximum du pic de diffraction en unité } S.$$

Ce modèle garde un défaut important : il fait une hypothèse sur la forme des distributions de dislocations et n'est valide que pour de faibles corrélations d'interaction dislocations/dislocations.

Une expression plus générale à été développée pour tenir compte des cas où la corrélation est forte. Dans ce modèle aucune hypothèse n'est faite sur la forme des distributions de dislocations (Groma, 1998, Groma & Szekely, 2000). Dans ce cas l'expression de  $\ln[A(L)]$  devient :

$$\ln[A(L)] = \left( \begin{array}{l} -\Lambda \langle \rho \rangle L^2 \ln\left(\frac{R_1}{L}\right) \\ + \frac{1}{2} \Lambda^2 [\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2] L^4 \ln\left(\frac{R_3}{L}\right) \ln\left(\frac{R_4}{L}\right) + i \langle P^2 \rangle L^3 \ln\left(\frac{L}{R_2}\right) \end{array} \right) \quad (II.42)$$

$P^2$  est une expression plus générale de la corrélation des distributions de dislocations.

## II.3 Méthodes de séparation des effets de taille et des effets de distorsions du réseau

### II.3.1 Séparation dans l'espace direct, la méthode de Warren-Averbach

Wilson (Wilson, 1950) a démontré que dans le cas où un matériau présente à la fois des effets de taille et des effets de distorsion du réseau cristallin, les coefficients de Fourier déterminés à partir des intensités diffractées étaient le produit des coefficients liés aux effets de taille ( $A_L^S$ ) et aux effets de distorsion ( $A_L^D$ ).

La transformée de Fourier ( $A_L$ ) s'écrit comme le produit d'un terme de « taille » ( $A_L^S$ ), de « distorsion » ( $A_L^D$ ) ainsi que d'un terme d'origine instrumentale ( $A_L^I$ ).

$$A_L = A_L^S . A_L^D . A_L^I$$

Avec L le paramètre de la série de Fourier.

On a vu au paragraphe II.2.1.2.2.1 que Warren et Averbach (Warren & Averbach, 1950) ont démontré que l'on pouvait exprimer, dans certaines conditions, les coefficients de Fourier de l'intensité diffractée (liés aux effets de distorsion) de la façon suivante :

$$A_L^D \propto \langle \cos(2\pi . S . Z_L) \rangle \rightarrow \exp(-2\pi^2 (S)^2 \langle Z_L^2 \rangle) \quad (\text{II.43})$$

Cette expression relie  $\langle Z_L^2 \rangle$ , le déplacement moyen au carré suivant  $\vec{S}$  dans le cas des faibles valeurs de L ou si la distorsion  $p(Z_L)$  est gaussienne à la transformée de Fourier de l'intensité diffractée. Il a été montré que dans le cas des distorsions liées aux dislocations ces hypothèses ne sont pas satisfaites (Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963c). Malgré cela, cette méthode est encore très usitée pour séparer les effets de tailles des effets de distorsions.

Ce modèle permet d'obtenir des résultats quantitatifs sur l'état de déformation d'un matériau et sur la taille de domaine cohérente. Si l'on peut négliger, ou si l'on a corrigé le terme instrumental, on a :  $A_L = A_L^S . A_L^D$

Pour de petites valeurs de L on a :

$$\ln(A_L) = \ln A_L^S - 2\pi^2 L^2 S^2 \langle Z_L^2 \rangle \quad (\text{II.44})$$

En représentant  $\ln A_L$  en fonction de  $(S)^2$  on doit retrouver, pour des petites valeurs de L, un comportement linéaire (figure II.45).

Dans le cas de population en taille mono disperse, le prolongement à l'origine (en  $S=0$ ) donne les valeurs de  $A_L^S$  pour les différentes valeurs de L que l'on traite (sur la figure II.45 on a  $L=25\text{Å}$ ,  $L=50\text{Å}$ ,  $L=75\text{Å}$  et  $L=100\text{Å}$ ).

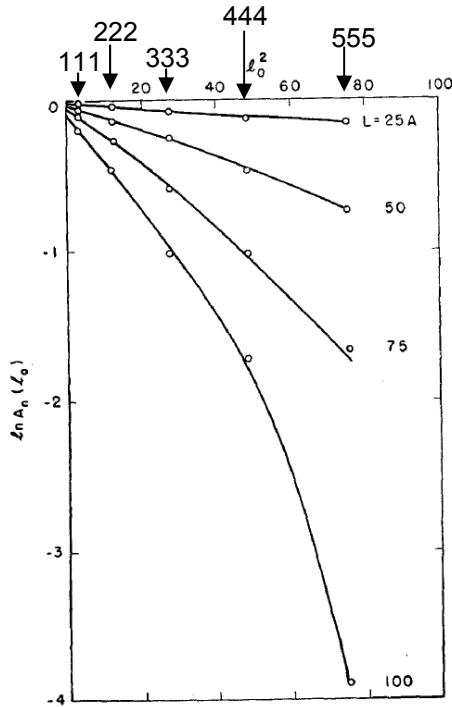


Fig. II.45 : Représentation de  $\ln A_n$  en fonction de  $l_0^2$  pour les cinq premiers ordres de (111). Les quatre courbes correspondent chacune à l'évolution de  $\ln A_n$  en fonction de  $l_0^2$  pour une distance L fixe dans l'espace réel. Avec  $l_0 = h + k + l$ . Reproduction Warren et Averbach (Warren & Averbach, 1952)

On rappelle que si  $L \ll M_{\text{eff}}$  ( $M_{\text{eff}}$  taille de domaine cohérente) on a :

$$A_L^S \approx 1 - \frac{L}{M_{\text{eff}}} \text{ avec } \frac{1}{M_{\text{eff}}} = \frac{1}{M} + \frac{(1.5(\alpha' + \alpha'') + \beta)}{a} W_{hkl}$$

Dans l'hypothèse où  $M \ll L$  et si l'on a uniquement une réduction de taille de domaine non liée aux fautes, deux valeurs de  $A_L^S$  permettent de séparer les effets de taille des effets de distorsion et de déterminer M,  $A_L^S$  étant indépendant de  $\vec{S}$ .

De plus, les pentes à l'origine de  $\ln A_L$ , égales à  $-2\pi^2 L^2 \langle Z_L^2 \rangle$ , pour différentes valeurs de L permettent de remonter à la valeur de  $\langle Z_L^2 \rangle$ .

### II.3.2 Séparation dans l'espace réciproque

Une approche plus directe consiste à déterminer directement les paramètres de taille de domaine cohérent et de distorsion du réseau à partir de l'étude des profils de raie de diffraction. L'approche la plus sommaire consiste à étudier les dépendances en S de l'élargissement des raies de Bragg, c'est la méthode Williamson-Hall. Ces dernières années la puissance de calcul disponible ayant fortement augmentée une

nouvelle approche s'est développée, que l'on appelle la modélisation complète du diagramme ou « Whole powder pattern modelling ». A partir de modèles préexistants de profils de raies pour différents défauts (petits grains, distributions homogènes de dislocations...) on reconstruit par méthode d'affinement de Rietveld le profil expérimental.

On a vu que dans l'espace direct la transformée de Fourier de l'intensité diffractée est le résultat du terme de taille, de distorsion et instrumental :

$$A_L = A_L^S \cdot A_L^D \cdot A_L^I$$

Dans l'espace réciproque l'intensité diffractée est donc le produit de convolution du terme de taille, de distorsion et d'instrumental :  $I_L = I_L^S \otimes I_L^D \otimes I_L^I$

### II.3.2.1 Méthode de Williamson-Hall

Dans cette approche l'idée est de déconvoluer les différentes contributions de taille, de distorsion et instrumental sur les élargissements. En diffraction on utilise rarement la notion de largeur à mi-hauteur de pic de diffraction. On utilise plutôt la notion de largeur intégrale, soit l'intensité intégrée du pic divisée par son intensité maximum. Dans le cas d'un profil gaussien les deux sont égales mais pour un profil lorentzien il y a un rapport  $\pi/2$  entre les deux.

On considère en général que la largeur intégrale du pic de diffraction correspond à la somme de la largeur intégrale provenant des effets de taille avec la largeur intégrale des effets de distorsion (Williamson & Hall, 1953). Cette méthode suppose des profils lorentziens pour le profil des effets de taille, des effets de distorsion et de l'instrumental.

$$\Delta S = \Delta S^S + \Delta S^D + \Delta S^I$$

$\Delta S^I$  est l'élargissement instrumental,  $\Delta S^D$  est l'élargissement de la distorsion et  $\Delta S^S$  est l'élargissement des effets de taille.

Dans le cas où l'on aurait des profils gaussiens on aurait :

$$(\Delta S)^2 = (\Delta S^S)^2 + (\Delta S^D)^2 + (\Delta S^I)^2$$

### II.3.2.2 Méthode de Williamson-Hall modifiée

De la même façon on peut exprimer l'élargissement lié à la distorsion du réseau en fonction des paramètres calculés à partir des expressions des transformées de Fourier. On a vu que l'analyse de Warren-Averbach nous conduisait à :



$$\ln(A_L) = \ln A_L^S - 2\pi^2 L^2 S^2 \langle Z_L^2 \rangle$$

Or d'après (Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963a, Wilkens, 1970)  $\langle Z_L^2 \rangle$  s'exprime de la façon suivante :

$$\langle Z_L^2 \rangle = \left( \frac{b^2 \bar{C} \rho}{4\pi} \right) f(R_e, L) \quad (\text{II.45})$$

A partir d'un développement de Taylor de l'élargissement Ungar (Ungár *et al.*, 2001) a démontré que l'on pouvait écrire  $\Delta S^D$  sous la forme suivante :

$$\Delta S^D = Tb \sqrt{\bar{C} \rho} S$$

T est une fonction qui dépend de  $R_e$ , elle peut être déterminée à partir des profils de raie mais ne peut pas être déterminée simplement à partir des élargissements.  $b$  est le vecteur de burgers,  $\bar{C}$  est le facteur de contraste moyen des dislocations et  $S$  est la norme du vecteur de diffraction.

Si l'on considère l'effet d'une forte variance dans les distributions des dislocations on peut écrire au quatrième ordre (Groma *et al.*, 1988, Ungár *et al.*, 1989, Ungár & Borbely, 1996):

$$\Delta S^D = Tb \sqrt{\bar{C} \langle \rho \rangle} S - T' b^2 \bar{C} \left\{ \sqrt{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2} \right\} S^2 \quad (\text{II.46})$$

On a vu précédemment que l'on pouvait exprimer  $\Delta S^S$  en fonction de la taille de domaine cohérent :

$$\Delta S^S = \frac{1}{M_{eff}} = \frac{1}{M} + \frac{(1.5(\alpha' + \alpha'') + \beta)}{a} W_{hkl}$$

On aboutit donc à la relation finale :

$$\Delta S = \left( \frac{1}{M} + \frac{(1.5(\alpha' + \alpha'') + \beta)}{a} W_{hkl} + Tb \sqrt{\bar{C} \langle \rho \rangle} S \right) - T' b^2 \bar{C} \left\{ \sqrt{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2} \right\} S^2 \quad (\text{II.47})$$

Cette équation introduit la méthode dite de Williamson-Hall modifiée.

### II.3.2.3 Whole powder pattern modelling (WPPM)

La méthode de Williamson-Hall est limitée au sens où elle ne permet généralement pas de calculer des grandeurs physiques interprétables directement. Par exemple la méthode de Williamson-Hall modifiée ne permet pas de déterminer la

valeur de la densité de dislocations car la fonction T n'est généralement pas connue et n'est pas une fonction simple des largeurs de raies de diffraction.

La méthode la plus employée actuellement pour déterminer des grandeurs physiques à partir des profils de diffraction est la méthode de la modélisation complète du diagramme de diffraction. Par exemple avec cette méthode la distribution en taille des grains d'une céramique CeO<sub>2</sub> a été déterminée (Langford *et al.*, 2000). Cette méthode dans sa version la plus simple consiste à comparer le profil expérimental à un profil typique (généralement un profil de pseudo-Voigt) où l'on peut exprimer les différentes variables des profils analytiques en fonction des grandeurs physiques ( $\rho$ ,  $R_e$ ,  $M$ ,...). Une méthode plus élaborée consiste, à partir des profils en intensité calculés à partir des modèles présentés aux paragraphes II.2.1.2.1.1, II.2.1.2.1.2 et II.2.1.2.2.4) de reconstruire le profil expérimental. Cette méthode inclut même les fautes d'empilements et le maillage (Scardi *et al.*, 2000). Le problème est généralement traité numériquement par la méthode de Rietveld (Scardi *et al.*, 2001).

Il existe une autre approche dans la méthode de WPPM. Il s'agit non pas de reconstruire les profils de pics de diffraction mais de reconstruire les profils des transformées de Fourier de ceux-ci. Le principal inconvénient de cette méthode est qu'il n'est pas toujours possible de pouvoir calculer précisément ces transformées de Fourier. Par exemple lorsque de nombreux pics se superposent il est impossible de séparer les contributions de chaque pic de diffraction sur l'intensité sans faire de suppositions sur la forme des pics, notamment leurs pieds. Dans le cas où les transformées de Fourier peuvent être calculées sans que l'hypothèse sur la forme des pieds ait trop de portée, cette méthode présente l'avantage de pouvoir directement utiliser les modèles physiques établis précédemment (paragraphes II.2.1.2.1.1, II.2.1.2.1.2 et II.2.1.2.2.5 ). Cette méthode a été utilisé avec succès pour relier la contrainte résolue à la densité de dislocations dans le cas notamment du cuivre monocristallin (Ungár *et al.*, 1989). Des études récentes ont permis de mettre en évidence les changements dans l'organisation des dislocations lors du passage du stade III vers le stade IV dans le cas des CFC à moyenne et haute EFE (Groma & Székely, 2006, Schafner *et al.*, 2005). Lors du passage du stade III au stade IV le paramètre  $\alpha$  de la relation  $\tau = \alpha\mu b\sqrt{\rho}$  chute brutalement (figure II.46).

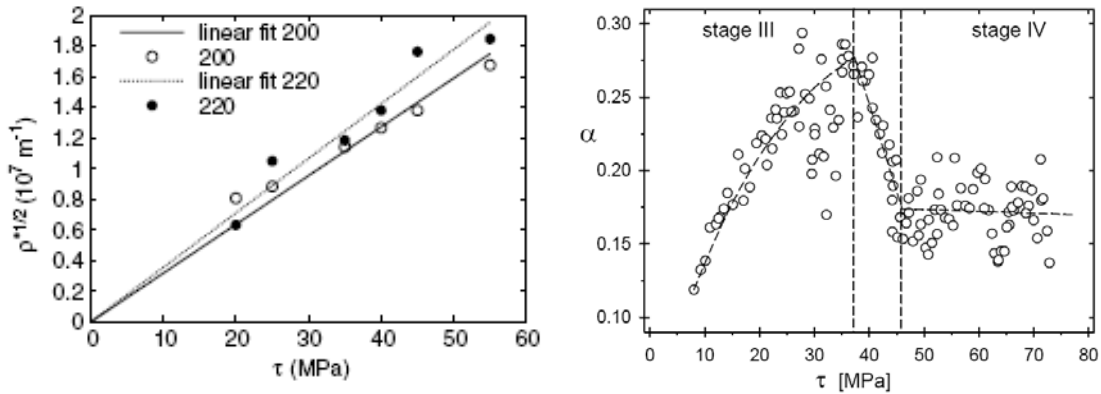


Fig. II.46 : Mesures de la densité de dislocations en fonction de la contrainte résolue (en compression in-situ) sur du cuivre pur (Groma & Székely, 2006). Le paramètre  $\alpha$  caractérise le durcissement de la densité de dislocations (équation I.1) il permet de relier  $\tau$  appliquée à la densité de dislocations  $\rho$  mesurée par diffraction in-situ sur du cuivre pur en compression, sa valeur chute brutalement pour  $\tau > 37\text{MPa}$  (Schafner *et al.*, 2005)

### II.3.2.4 Mesures des paramètres microstructuraux par l'analyse des comportements asymptotiques ou méthode des moments

Cette méthode appelée la méthode de la variance est relativement ancienne (Wilson, 1962). A l'origine elle a été développée pour résoudre les problèmes liés au calcul des transformées de Fourier. En effet le calcul des transformées de Fourier des profils de raies se base nécessairement sur des profils tronqués. Cela introduit des erreurs systématiques sur leur calcul. L'erreur la plus courante est celle que l'on appelle effet hook.

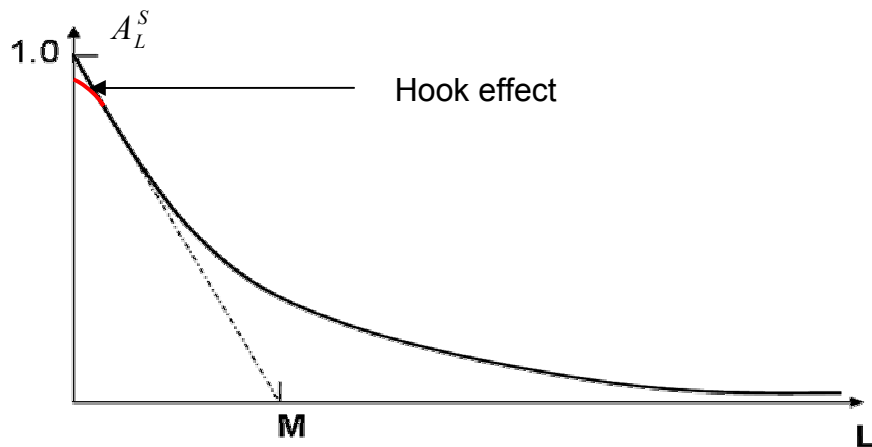


Fig. II.47 : Effet hook. Une réduction trop importante du domaine en  $2\theta$  entraîne une modification artificielle du comportement à l'origine de la transformée de Fourier

On a vu que les profils des transformées de Fourier liés à une petite taille de domaine avaient une dérivée à l'origine non nulle (figure II.41). L'effet Hook représenté sur la figure II.47 est introduit par une troncature du domaine du profil de diffraction lors

du calcul de la transformée de Fourier. Si l'intensité diffractée et sa dérivée ne sont pas nulles aux bornes d'intégration du profil alors un effet hook apparait sur la transformée de Fourier.

Une autre limitation de la méthode de Warren-Averbach est que lorsqu'il y a une superposition importante des pics de diffraction on ne peut plus calculer les transformées de Fourier sur un nombre suffisant d'harmoniques pour séparer les effets de taille des effets de distorsion. Wilson (Wilson, 1962) a donc développé une méthode de détermination des effets de taille à partir de l'étude du moment d'ordre 2 de l'intensité diffractée.

Dans la suite nous utiliserons la variable  $s$  avec  $s = (S - S_b)$ ,  $S_b$  est la position en unité  $S$  du pic de Bragg. A l'ordre  $k$ , le moment s'exprime de la façon suivante :

$$m_k(s) = \frac{\int_{-s}^s (s)^k I(s) ds}{\int_{-\infty}^{\infty} I(s) ds} \quad (II.48)$$

Wilson a montré que l'on pouvait exprimer le moment d'ordre 2 en fonction de la taille de domaine cohérent ( $M$ ) et de la forme de celles-ci (liée au paramètre  $t$ ) et  $K$  une constante :

$$m_2(s) = \frac{1}{\pi^2 M} s - \frac{1}{4\pi^2} \frac{t}{K^2 M^2} \quad (II.49)$$

Si on considère les travaux de Krivoglaz (Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963b) et Wilkens (Wilkens, 1970) l'expression de  $I(s)$  pour de grandes valeurs de  $s$  est connue. On a pour une distorsion liée aux dislocations :

$$I(s) = \frac{\Lambda \rho}{4\pi^2} \frac{1}{|s|^3} \quad (II.50)$$

A partir de cette expression et en utilisant la méthode de Wilson on peut écrire l'expression du moment d'ordre 2 en fonction des paramètres. D'après Groma (Groma, 1998)

$$m_2(s) = \frac{1}{\pi^2 M} s - \frac{1}{4\pi^2} \frac{t}{K^2 M^2} + \frac{1}{2\pi^2} \Lambda \rho \ln\left(\frac{s}{S_0}\right) \quad (II.51)$$

En utilisant de la même façon les termes d'ordres supérieurs qu'il a défini (Groma, 1998, Groma & Szekely, 2000) (paragraphe II.2.1.2.2.5), Groma a pu déterminer la dépendance du moment d'ordre 4 avec les paramètres de la microstructure.

Avec le comportement asymptotique suivant (Groma & Szekely, 2000) :

$$I(s) = \frac{\Lambda\rho}{4\pi^2} \frac{1}{|s|^3} - \frac{3}{16\pi^3} \langle \rho^2 \rangle \frac{(s)}{|s|^5} + \dots \quad (II.52)$$

Le moment d'ordre 4 s'exprime de la manière suivante :

$$\frac{m_4(s)}{s^2} = \left( \begin{array}{l} \frac{\Lambda s}{4\pi^2} + \frac{1}{3\pi^2 M} s + \frac{3\Lambda\rho}{(2\pi)^4 M} \frac{\ln(s/R_2)}{s} \\ + \frac{12\Lambda^2 \langle \rho^{(2)} \rangle}{(2\pi)^4} \frac{\ln^2(s/R_3)}{s^2} \end{array} \right) \quad (II.53)$$

Cette méthode n'est valable que dans les cas où il n'y a pas de trop grande superposition des pics mais elle a l'avantage de ne nécessiter que l'analyse d'un seul pic de diffraction, même si les résultats gagnent en précision avec plusieurs. Le principal obstacle à cette méthode est qu'elle est très sensible au niveau du bruit de fond, notamment pour le moment d'ordre 4.

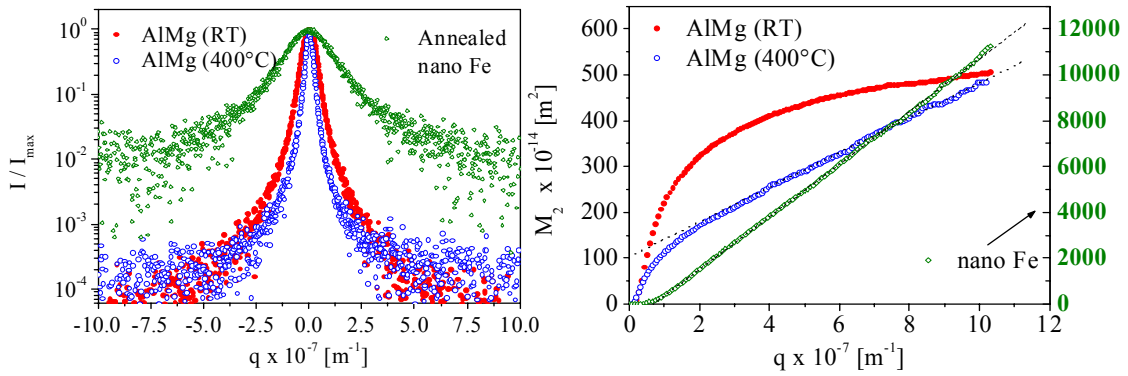


Fig. II.48 : A gauche diagrammes de diffraction dans le cas d'une pure distorsion du réseau (AIMg à température ambiante RT), d'un pur effet de taille (nano Fe :poudre de fer ball milled? et recristallisée) et d'un effet de taille et de distorsion combiné (AIMg déformé à 400°C). A droite les moments d'ordre 2 correspondant.  $q$  est noté  $s$  dans ce manuscrit ou  $S - S_b$

Borbély et Groma (Borbely & Groma, 2001) ont utilisé cette méthode avec succès pour caractériser l'évolution des moments d'ordre 2. Sur la figure II.48 on constate sur le moment d'ordre deux que dans le cas d'un effet de taille (pour la poudre nanocristalline de fer) il évolue de façon linéaire avec le vecteur de diffraction. Dans le cas d'un effet de distorsion on reconnaît une évolution logarithmique (cas de AIMg déformé à température ambiante). Le cas de AIMg déformé à 400°C qui combine effet de taille et de distorsion a bien une allure qui combine une part logarithmique (visible surtout à petit  $q$ ) et une part linéaire.

## II.4 Conclusion

L'analyse des élargissements dans l'espace réciproque est relativement simple. Les effets de taille introduisent des élargissements constants avec le vecteur de diffraction (corrigé d'un facteur de contraste dans le cas des fautes) tandis que les distorsions introduisent des élargissements proportionnels au vecteur de diffraction (corrigé d'un facteur de contraste dans le cas des distorsions provoquées par les dislocations). Néanmoins la forme des profils dans les deux cas est difficile à interpréter en terme de grandeurs microstructurales.

L'analyse des transformées de Fourier permet de régler ce problème car il existe des modèles analytiques pour décrire les profils des transformées de Fourier de l'intensité diffractée. Cela permet de relier ces profils aux grandeurs physiques caractérisant la microstructure comme la taille de domaine ou la densité de dislocations. La difficulté liée à ce type d'analyse est d'ordre expérimental. Il est difficile de calculer les transformées de Fourier de l'intensité diffractée lorsque les pics de diffraction se chevauchent.

La présence de nombreuses symétries dans les matériaux CFC réduit considérablement le nombre de pics de diffraction et limite fortement les chevauchements des pics. L'analyse des comportements asymptotiques des pics à travers l'étude de la variance est ainsi aisée. De la même façon le calcul des transformées de Fourier est aussi relativement aisé. On peut donc analyser les profils de diffraction selon les différentes méthodes à notre disposition (la variance, la méthode de WPPM sur les intensités ou la méthode de WPPM sur les transformées de Fourier). Dans notre cas, l'acier TWIP présente de nombreux types de défauts cristallins et en particulier des contraintes internes à longues distances qui sont encore mal décrites en terme d'intensité diffractée. La méthode de WPPM sur les intensités a donc été écartée. Il nous a semblé important de pouvoir contrôler la validité du résultat directement en comparant les modèles physiques qui sont exprimés dans l'espace direct en terme de transformée de Fourier de l'intensité diffractée. Nous nous attarderons en particulier dans ce mémoire à la méthode de WPPM sur les transformées de Fourier afin de pouvoir analyser les microstructures d'un acier TWIP Fe-Mn-C.



# Chapitre III. Détails expérimentaux des mesures des profils de raies de diffraction

Dans ce chapitre nous détaillerons succinctement les nuances d'aciers TWIP étudiés. Nous présenterons aussi les détails expérimentaux en préalable à l'analyse de leurs microstructures par diffraction des rayons X.

## III.1 Description des nuances Fe-Mn-C analysées

Trois nuances ont été analysées. L'une appelée FeMn1000 a été déformée en traction uniaxiale à rupture à différentes températures. Ces éprouvettes sont identiques à celles utilisées dans la thèse de Sébastien Allain (ALLAIN, 2004) et les essais de traction en température ont été réalisés lors de ces travaux de thèse. La deuxième nuance dite CC3 est issue d'une coulée industrielle, sa composition est très proche de la nuance FeMn1000. Cette nuance a fait l'objet de différents traitements de déformation et de restauration réalisés au cours de cette thèse.

Les éprouvettes de traction sont issues de tôles laminées puis recristallisées. Ces éprouvettes sont prélevées de façon à ce que la direction de traction corresponde au sens travers de la direction de laminage.

La texture des éprouvettes non déformée est faible avec un indice de texture inférieur à 1.3.



### III.1.1 La nuance de laboratoire dites FeMn1000

Il s'agit de la nuance utilisée par S. Allain lors de sa thèse (ALLAIN, 2004) dont la composition est donnée tableau III.2.

Les échantillons fournis par Arcelor Research sont des éprouvettes de traction découpées à partir de tôles minces. Les tôles minces ont été fabriquées à partir de petits lingots coulés en laboratoire (de dimension 140 mm x 70 mm x 250 mm). Celles-ci ont subi plusieurs laminages à chaud (à 1200°C et 1000°C) jusqu'à atteindre une épaisseur de 2.5mm. Les tôles ont ensuite été laminées à froid en plusieurs passes pour atteindre une épaisseur de 0.7mm. Les tôles ont ensuite subi un recuit de recristallisation à 730°C pendant 100s. Les échantillons sont décalaminés à l'acide chlorhydrique dilué. La taille de grain finale est de 2,6µm.

FeMn1000	C	Mn	Si	Ni	Cr	Mo	V
22Mn0.6C (%massique)	0.6	22.6	0.011	0.003	0.05	0.041	0.03

Tab. III.2 : Composition de la nuance FeMn1000 issue de lingots de laboratoire (ALLAIN, 2004)

Plusieurs niveaux de déformation en traction uniaxiale à température ambiante ont été réalisés (de 0% à 48% de déformation vraie). Des échantillons amenés à rupture en traction uniaxiale, à plusieurs températures de déformation (77K, 163K, 300K, 473K et 673K), ont été étudiés.

### III.1.2 La nuance de coulée industrielle CC3

La nuance CC3 est une coulée industrielle. Sa composition diffère peu de la nuance FeMn1000, il y a un peu plus de chrome (0.29%) et un peu moins de carbone (0.58%). La tôle a été laminée à chaud de 225mm à 2.5mm suivi d'une réduction de 50% en laminage à froid. La tôle est enfin recuite à 800°C pendant 120s. La taille de grain finale est de 3,6 µm.

CC3	C	Mn	Cr
22Mn0.6C (%massique)	0.58	22.6	0.29

Tab. III.3 : Composition de la nuance CC3 issue d'une coulée industrielle

La nuance CC3 a été déformée en traction uniaxiale à température ambiante entre 0% et 45% de déformation vraie et a fait l'objet de traitements de restauration.

### III.1.3 La nuance de coulée industrielle CC6

CC6	C	Mn	Si	V	N
22Mn0.6C (%massique)	0.63	22.33	0.193	0.21	0.011

Tab. III.4 : Composition de la nuance CC6 issue d'une coulée industrielle

La nuance CC6 est issue d'une coulée. Sa composition est semblable aux deux nuances précédentes à la différence d'une présence significative de Vanadium. Contrairement aux deux précédentes nuances, la nuance CC6 est micro-alliée au Vanadium. Cela signifie que ces propriétés mécaniques diffèrent un peu par rapport aux deux autres nuances. Le micro-alliage augmente la limite élastique et la contrainte à rupture (d'une centaine de MPa chacun) mais diminue légèrement l'allongement à rupture (l'allongement nominal passe de 58 à 51% avec le micro-alliage).

La tôle est issue d'une coulée continue. La brame a été laminée à chaud de 225mm à 2.5mm suivi d'une réduction de 50% en laminage à froid. La tôle est enfin recuite à 800°C pendant 120s. La taille de grain finale est de 3,6 µm.

La nuance CC6 a été déformée par laminage à froid pour différents taux de réduction puis à fait l'objet de traitements de restauration à des températures comprises entre 450 et 550°C.

### III.1.4 L'EFE et les mécanismes de déformations des nuances FeMn1000, CC3 et CC6

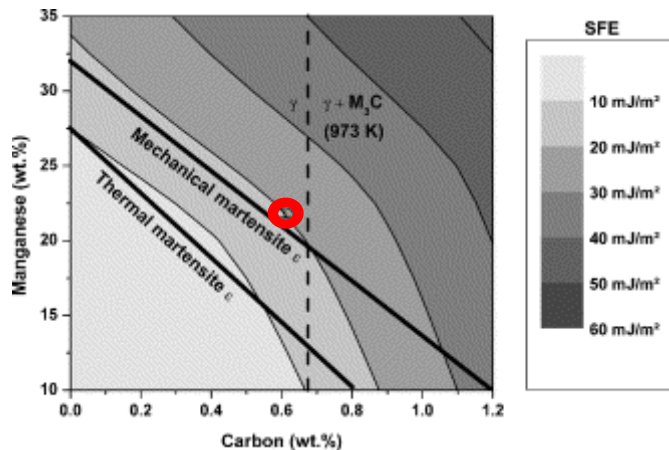


Fig. III.49 : Lignes iso-EFE dans le diagramme carbone / manganèse (% massique) des aciers à 300K. (Allain, Chateau, Bouaziz *et al.*, 2004). Les traits indiquent les limites supérieures des domaines de transformation martensitique et thermique (Schumann, 1972). La marque  $\circ$  indique la position des nuances FeMn1000, CC3 et CC6

Il a été établi que l'EFE est fonction de la composition et de la température (paragraphe I.2.2). La dépendance des mécanismes de déformation avec l'EFE a aussi été exposée (paragraphe I.2.2.1). Les trois nuances ayant une composition très proche, elles auront a priori des modes de déformation identiques.

Les modes de déformation de l'acier TWIP Fe22Mn0.6C ont été largement étudiés dans la littérature (Allain, Chateau, Dahmoun *et al.*, 2004, Bouaziz *et al.*, 2008, Barbier *et al.*, Dumay, 2008, Bracke, 2006). En particulier le paragraphe I.4.3.2 de la revue bibliographique concerne la nuance FeMn1000. On peut retenir de l'ensemble de ces études que lorsque ces nuances sont déformées à température ambiante, par laminage ou par traction les modes de déformation activés sont le glissement planaire et le maclage mécanique. Les macles s'organisent par faisceaux et l'épaisseur des macles individuelles est généralement comprise entre 20 et 50nm. Cette épaisseur ne varie pas significativement au cours de la déformation. La distance entre les faisceaux de macles est estimée à environ 800nm à rupture en traction uniaxiale et la densité de dislocations telle qu'elle a été modélisée (Allain, Chateau & Bouaziz, 2004) (Dumay, 2008) est d'environ  $8.10^{14}m^{-2}$ .

Il a été établi que pour des températures de déformation en traction uniaxiale de  $-110^{\circ}C$  et  $-196^{\circ}C$  le maclage mécanique est remplacé par la formation de martensite  $\epsilon$  (ALLAIN, 2004).

## III.2 Protocole expérimental de la mesure de la diffraction sur la ligne BM02 de l'ESRF

Le montage utilisé est un montage proche  $\theta$ - $2\theta$ , avec ce montage on obtient des diagrammes intensité diffractée en fonction de l'angle  $2\theta$  (figure III.50).

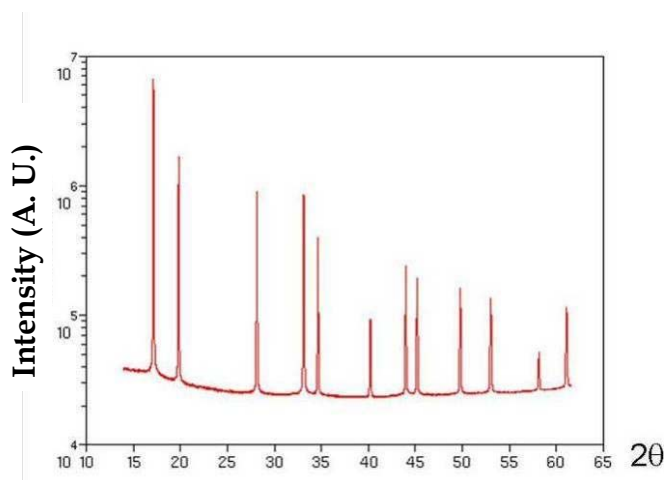


Fig. III.50 : Diagramme de poudre pour un échantillon de la nuance CC3 recristallisé

### III.2.1 Préparation des échantillons

La géométrie en transmission a été préférée à celle en réflexion, ceci afin d'obtenir une plus grande quantité de matière diffractante, ainsi que pour limiter l'influence de la couche écrouie résiduelle en surface.

Une des particularités des lignes de lumière synchrotron est que l'on peut choisir la longueur d'onde à laquelle on va travailler. Le choix de la longueur d'onde est un compromis entre la luminosité du faisceau à énergie donnée, le volume de matière que l'on peut analyser, la résolution angulaire et le nombre de pics de diffraction mesurés pour une même plage angulaire accessible sur la caméra. Il faut aussi prendre garde à ne pas choisir une longueur d'onde pour laquelle le fer ou le manganèse ont une forte fluorescence. L'épaisseur des échantillons optimisant l'intensité diffractée correspond environ à la longueur d'atténuation. L'énergie des rayons X que nous avons choisie est de 20keV. à cette énergie l'épaisseur des échantillons optin

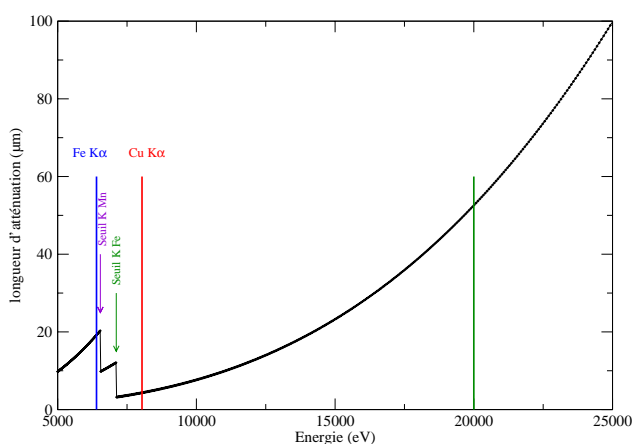


Fig. III.51 : Evolution de la longueur d'atténuation en fonction de l'énergie du rayonnement pour une nuance Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C

Les lames sont amincies par polissage mécanique en commençant par un grain de 180 (échelle grit) puis en diminuant progressivement la taille de grain jusqu'à 2500 (grit). Les lames sont ainsi amenées jusqu'à une épaisseur de 70 µm. Les deux faces sont polies au grain 2500 et l'échantillon a été pris à quart de lame. Il faut en effet éviter de garder la surface et le milieu de la lame pour éviter des zones très inhomogènes au niveau des déformations et de la composition chimique.

Les échantillons ont été ensuite amincis jusqu'à 50 µm par électro-polissage avec une solution formée de 95% d'acide acétique glacial et 5% d'acide perchlorique à une température de 15°C environ. L'échantillon étant placé à l'anode on fixe une tension de 12V. Il faut environ une à deux minutes pour amener l'échantillon à l'épaisseur souhaitée.

### III.2.2 Dispositif expérimental

#### III.2.2.1 Géométrie du dispositif

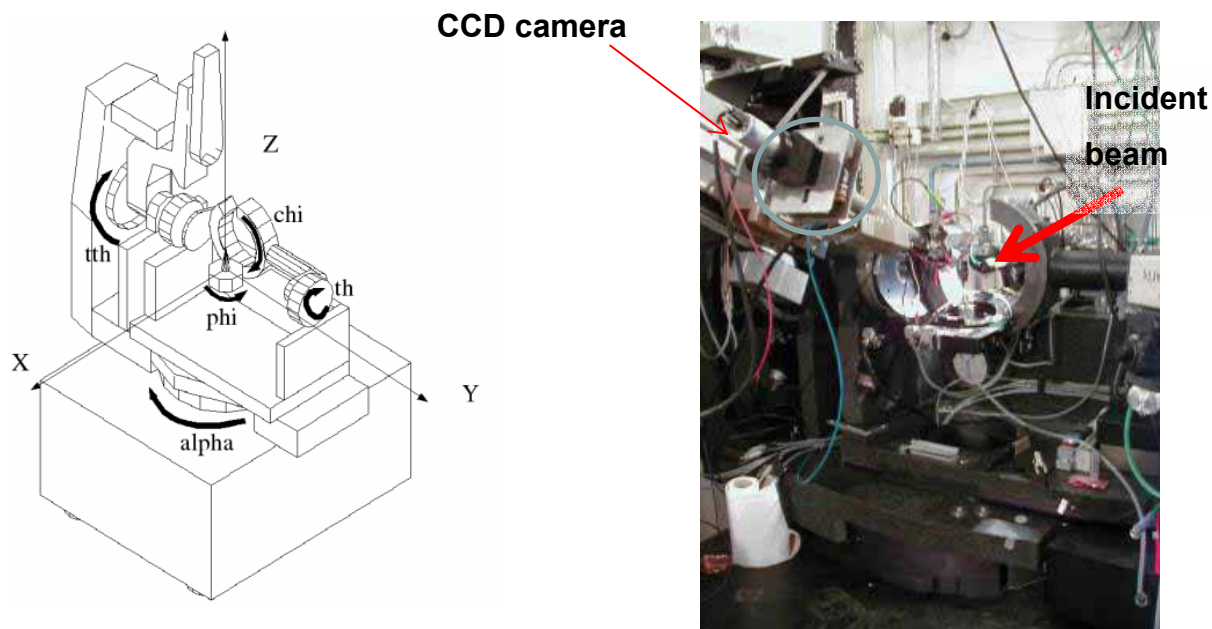
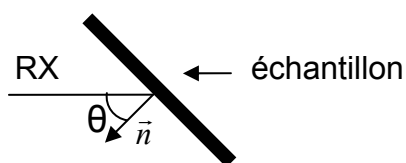


Fig. III.52 : Schéma du goniomètre et photo du montage pseudo  $\theta$ - $2\theta$  sur la ligne de lumière BM02 de l'ESRF

Les expériences de diffraction ont été réalisées sur la ligne CRG de D2AM à l'ESRF. Le diffractomètre est un instrument qui permet d'orienter l'échantillon et le détecteur.

Trois angles permettent de contrôler l'orientation de l'échantillon ( $\theta$ ,  $\chi$ ,  $\phi$ ) :



THETA : angle de rotation entre la normale  $\vec{n}$  à l'échantillon et le rayon incident.

CHI : rotation autour de l'axe X (voir figure III.52).

PHI : rotation autour de l'axe Z (voir figure III.52).

La position du bras sur lequel repose le détecteur est définie par deux angles :

ALPHA : définit la position du bras dans le plan horizontal du laboratoire

2THETA : définit la position du bras dans le plan vertical du laboratoire. Les mesures ont été réalisées avec  $2\text{THETA}=2*\text{THETA}$

Une acquisition est effectuée pour chaque pic de diffraction en centrant le détecteur sur le pic de manière à être au plus près des conditions  $\theta/2\theta$  pour les plans diffractant.

### III.2.2.2 Détecteur

Le choix du détecteur de rayons X s'est porté sur un détecteur 2D plutôt qu'un détecteur ponctuel. Le détecteur 2D est un écran fluorescent couplé par fibre optique à une caméra CCD. Les images ont une dimension de 1340 par 1300 pixels avec un codage du signal sur 16 bits. La taille d'un pixel sur l'écran fluorescent est de  $50*50 \mu\text{m}^2$ , les pixels sont plus petits que le faisceau incident qui a une taille d'environ  $150*200\mu\text{m}^2$ .

L'avantage du détecteur 2D par rapport à un détecteur ponctuel est un gain de temps considérable en acquisition (de l'ordre d'un facteur huit). Un scan avec une bonne résolution, pour  $2\theta$  compris entre  $10^\circ$  et  $60^\circ$ , avec le détecteur 2D dure 1h20 alors qu'avec la même résolution, ce même scan dure 12 h avec un détecteur ponctuel. Cependant, l'analyse de spectres 2D est plus complexe que celle des spectres issus d'un détecteur ponctuel. Il faut réaliser un certain nombre de corrections et de transformations avant d'obtenir des informations quantitatives.

### III.2.2.3 Volume diffractant et faisceau incident

Dans le cas des échantillons non déformés, du fait de la très faible largeur des taches de diffraction émises par chaque grain (domaine cristallin cohérent) et du nombre limité de domaines cohérents, les figures de diffraction sont très ponctuelles (figure III.53).

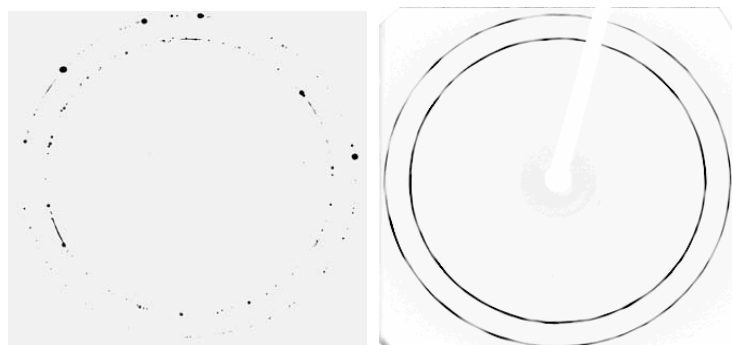


Fig. III.53 : Images CCD d'un diagramme de diffraction pour un échantillon non déformé. Sans rotation à gauche et avec rotation à droite. Distance CCD/échantillon de 8 cm

Afin d'éviter les diagrammes ponctués, les échantillons ont été placés au centre d'une toupie tournant à la fréquence de 2 Hz environ (figure III.54). La taille du faisceau a été réglée à  $150 \times 200 \mu\text{m}$ . Pour un échantillon fixe, le volume analysé est d'environ  $2 \cdot 10^{-12} \text{ m}^3$ . Le centre de rotation de la toupie par rapport à la position du faisceau direct a été excentré, si bien que le volume diffractant est augmenté d'un facteur 10 environ. Cette rotation permet en outre de minimiser les effets de texture.

Les échantillons sont orientés par rapport au faisceau incident de façon à ce que les plans diffractant soient dans le plan de la tôle.

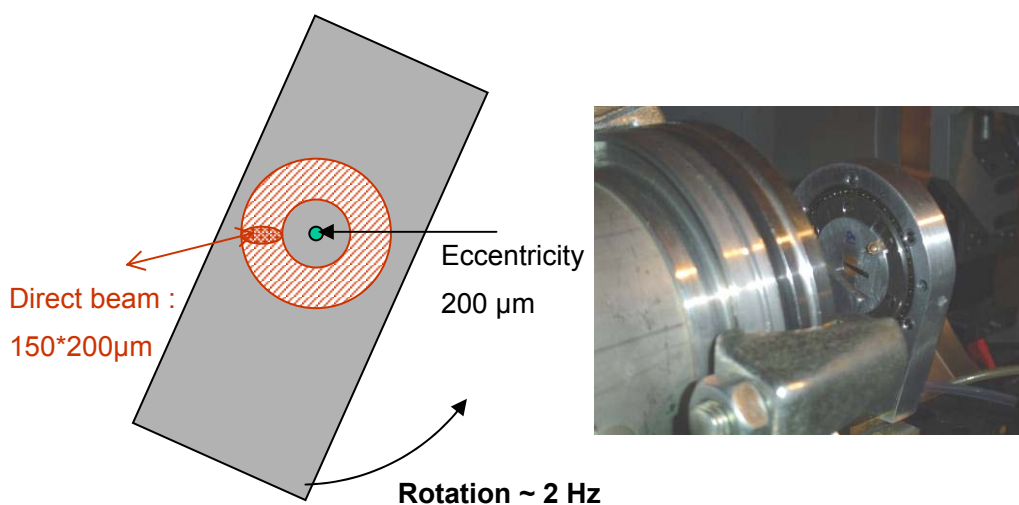


Fig. III.54 : Schéma du goniomètre et photo du montage  $\theta$ - $2\theta$  sur la ligne de lumière BM02 de l'ESRF

Lors de la déformation, une texture se développe. Celle-ci va être révélée sur les figures de diffraction par des anneaux de Debye-Scherrer présentant des zones plus intenses que d'autres (figure III.55). Cette texture est minimisée grâce à la rotation de l'échantillon.

La résolution finale de la mesure dépend principalement de deux paramètres, la taille du faisceau et la distance échantillon détecteur. Schématiquement, plus la distance échantillon/détecteur est importante, meilleure est la résolution mais plus le temps d'acquisition d'un spectre donné est long. Nous avons choisi une distance échantillon détecteur de 50 cm, à cette distance un pixel sur la CCD correspond à un angle  $2\theta$  d'environ  $0,005^\circ$  et la caméra CCD couvre une plage angulaire qui dépend de  $2\theta$  (variant de  $13^\circ$  pour la première raie à  $4^\circ$  pour la raie (440) dans notre étude).

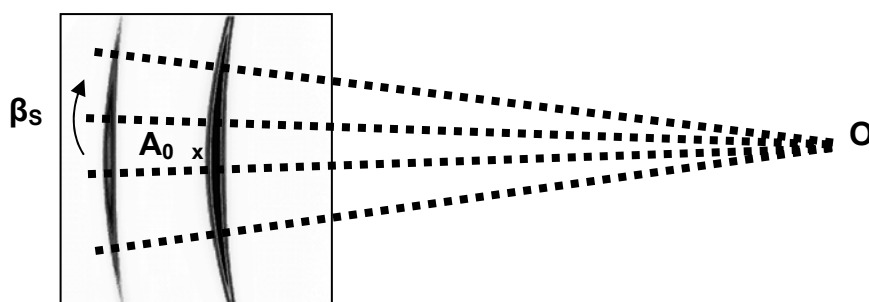


Fig. III.55 : Schéma représentant les secteurs de la caméra CCD (en pointillé) tracés à partir de la position du faisceau direct O (c'est-à-dire la position du faisceau incident transmis sur la caméra lorsque  $2\theta_d=0$ ). Le point  $A_0$  marqué par le symbole « x » correspond au centre de la caméra. L'axe central de chaque secteur réalise un angle  $\beta_s$  avec l'axe  $(OA_0)$ . L'image de la CCD représentée est celle d'un diagramme de diffraction pour un échantillon déformé à rupture sans rotation. La distance CCD/échantillon est de 50 cm

Les anneaux de Debye ne sont pas des cercles sur la caméra du fait de l'inclinaison de la caméra (figure III.52). Il est donc nécessaire d'intégrer l'intensité par petits secteurs, de 1 ou 2° et de position  $\beta_s$  (figure III.55), pour ne pas perdre la résolution en  $2\theta$ . On intègre l'intensité suivant l'angle  $\beta$  du détecteur (soit environ la direction azimutal). Dans notre étude seul le secteur central de la caméra, ou éventuellement les deux secteurs adjacents à celui-ci, sont considérés. On réalisera pour chaque pic de diffraction une acquisition pour laquelle le centre de la caméra correspond à la position  $\theta/2\theta$  du pic de diffraction (figure III.56). Lorsque la plage angulaire d'un pic ne se recouvre pas avec celle du pic précédent, on réalise une mesure intermédiaire (comme dans le cas des pics (200) et (220)). De cette façon, le spectre continu est reconstruit en superposant les résultats des différentes acquisitions. Pour l'acquisition des 11 premiers pics de diffraction des aciers austénitiques FeMnC et avec une distance échantillon / détecteur de 50 cm on doit réaliser 13 acquisitions pour obtenir un spectre continu.

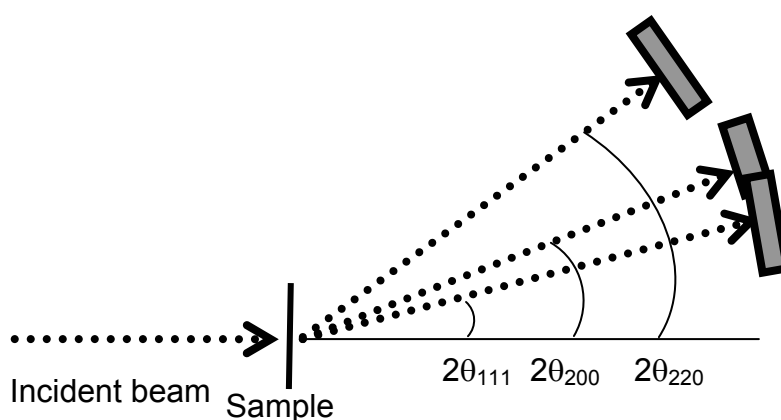


Fig. III.56 : Réunion des images CCD pour construire un spectre continu



### III.2.2.4 Elargissement instrumentale

L'élargissement instrumental a été évalué à partir de la mesure d'une poudre de LaB6. La poudre a une granulométrie moyenne d'environ 1  $\mu\text{m}$ . L'élargissement instrumental correspond environ au tiers de l'élargissement des raies des échantillons Fe22Mn0.6C non déformés. Cet élargissement instrumental devient négligeable pour les échantillons très déformés (figure III.57).

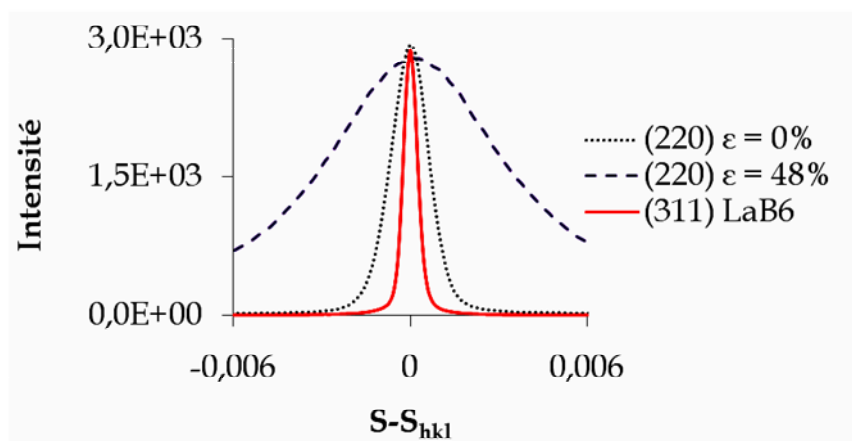


Fig. III.57 Profils expérimentaux de la raie (220) pour une nuance Fe22Mn0.6C non déformée et déformée à rupture et profil expérimental de la raie (311) de la poudre LaB6

### III.2.3 Traitement des données

Les mesures réalisées à l'aide d'une caméra CCD offrent un gain de temps considérable et permettent la réalisation d'essais in-situ mais le traitement quantitatif des données acquises nécessite une procédure relativement technique pour convertir les images 2D en diagramme de diffraction classique. Il est nécessaire en préalable des mesures de diffraction de déterminer précisément la géométrie du dispositif, et en particulier la distance échantillon/détecteur mais aussi la position du faisceau direct sur la caméra et l'orientation de la caméra par rapport au goniomètre. Le traitement des données est fait en plusieurs étapes qui sont détaillées en annexe C et résumées ci-dessous.

Les données brutes obtenues sur chaque image sont corrigées du bruit électronique (dark), des « cosmiques », et des distorsions spatiales (grille) et en profondeur (flat) à l'aide du programme bm2img écrit par J.-F. Béar<sup>1</sup> et disponible sur BM02.

<sup>1</sup> Responsable de la ligne CRG D2AM sur BM02, [berar@esrf.fr](mailto:berar@esrf.fr)

Ce même programme permet de faire des regroupements radiaux à partir d'une origine qui peut être située hors des limites du détecteur. Ce regroupement est effectué ici par secteurs de 1 ou 2° comme montré sur la figure III.55 et permet d'obtenir des spectres 1D en unité de pixels.

Un programme fortran permet ensuite de transformer les valeurs de pixels calculées pour chaque secteur en  $2\theta$ . Une fois les spectres convertis en  $2\theta$  il est possible de regrouper les spectres des différents secteurs. Dans ce programme, les corrections sur l'intensité sont également réalisées. Ces corrections correspondent à la correction d'absorption de l'échantillon, de normalisation par l'intensité du faisceau incident et par soustraction du bruit de fond.

### III.2.4 Calcul d'un profil de raie de Bragg analytique à partir de l'intensité diffractée expérimentale

Des profils analytiques ont été calculés à partir des intensités expérimentales. Ceci avec deux objectifs.

Cela permet d'obtenir rapidement des grandeurs telles que la largeur intégrale, les positions des pics ou le comportement asymptotique des pieds des pics de diffraction et donc de pouvoir réaliser des mesures qualitatives des effets de distorsion et de petites tailles de domaines.

Lors du calcul du moment ou de la transformée de Fourier d'un pic de diffraction il est nécessaire de soustraire au diagramme de diffraction les autres pics du diagramme. Ceux-ci sont évalués par leur expression analytique.

#### III.2.4.1 Augmentation du nombre de point du spectre

Afin de déterminer précisément, entre autres, la position du maximum du pic on augmente artificiellement le nombre de point du diagramme. Les nouveaux points compris entre les points expérimentaux sont déterminés par interpolation en utilisant une fonction spline d'ordre 3.

#### III.2.4.2 Soustraction du diffus provenant de l'échantillon

Un échantillon soumis à un rayonnement produit en retour un rayonnement diffus provenant de différents mécanismes physiques (diffusion thermique diffuse, diffusion Compton...). Ce rayonnement, à l'exception de la diffusion thermique, peut-être estimé à partir des mesures sur échantillon recristallisé à l'aide d'une fonction polynôme. Il est ensuite soustrait aux diagrammes de diffraction.

### III.2.4.3 Fonctions utilisées pour calculer les profils analytiques des données expérimentales

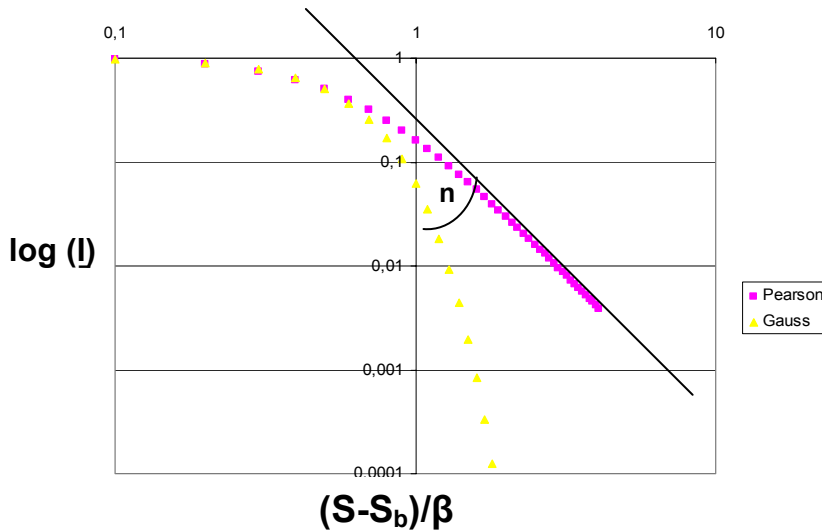


Fig. III.58 : Evolution du comportement asymptotique pour une fonction de Gauss et pour une Pearson VII pour laquelle  $n=2,6$

La fonction analytique utilisée pour calculer les profils est une Pearson VII. Cette fonction a l'avantage de dégager directement un comportement asymptotique.

$$f(S) = I_0 \frac{1}{(1 + (2^{2/n} - 1) \cdot \frac{(S - S_b)^2}{\beta^2})^{n/2}} \quad (\text{III.54})$$

$S$  est le vecteur de diffraction,  $S_b$  est la position du maximum du pic de diffraction (et non pas le centre de gravité de celui-ci).  $\beta$  est la largeur à mi-hauteur du pic,  $I_0$  est l'intensité maximale du pic.

L'exposant  $n$  correspond au comportement asymptotique du profil de raie. Il peut-être visualisé simplement lorsque l'on trace  $\log(I)$  en fonction de  $\log(S - S_0)$  (figure III.58). A grandes valeurs de  $S - S_0$ , on trouve généralement une relation linéaire entre  $\log(I)$  et  $(\log(S - S_0))$ , on a  $\log(I) = n \cdot \log(S - S_0)$  ce qui n'est pas le cas pour une fonction gaussienne.

#### III.2.4.4 Calcul des profils.

On calcule en fait non pas un mais deux profils, un profil pour la partie gauche du pic de diffraction et un profil pour la partie droite. On peut ainsi obtenir facilement un profil total asymétrique.

Les profils sont calculés en utilisant la méthode des moindres carrés à partir de la fonction **leastsq** du programme « Scilab » utilisant un algorithme de Quasi-Newton.

Le logiciel Scilab est un logiciel libre, il peut être téléchargé directement sur le site [www.scilab.com](http://www.scilab.com).

Le principe de l'algorithme de Quasi-Newton est de trouver un minimum local d'une fonction à plusieurs variables. Pour cette raison, cet algorithme doit être utilisé avec précaution. Il peut en effet trouver un minimum local qui est très loin d'un résultat satisfaisant. Dans notre étude nous avons généralement testé plusieurs solutions à partir de différentes conditions initiales et sélectionné la meilleure solution.

On calcule dans un premier temps des profils symétriques puis des profils asymétriques selon une procédure répétée deux ou trois fois.

#### III.2.4.4.1 Calcul de profils symétriques

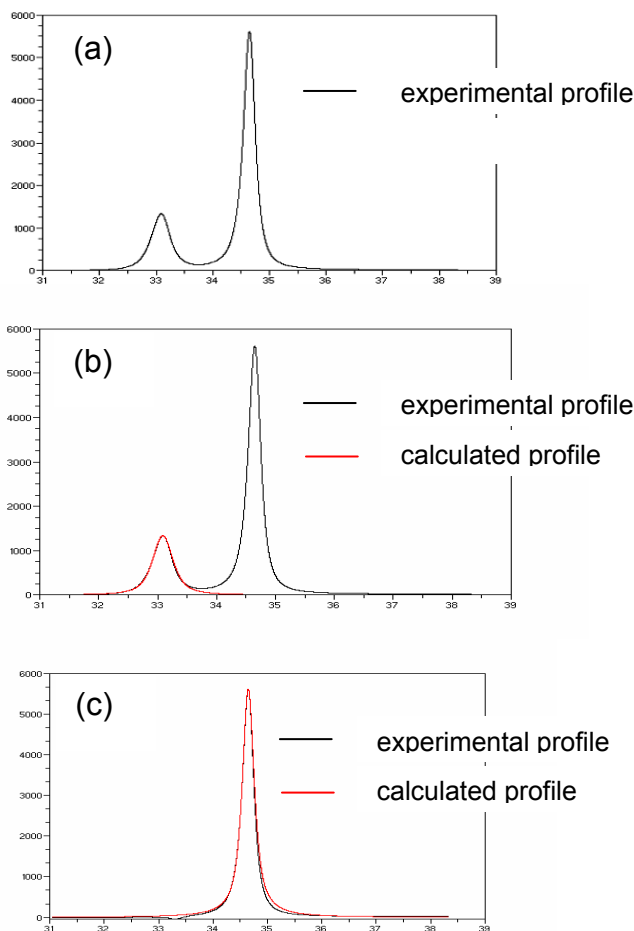


Fig. III.59 : Calcul des profils analytiques de diffraction pour une nuance Fe22Mn0.6C déformée de 10% vraie à température ambiante par traction uniaxiale. (a) profil expérimental (b) profil expérimental et profil symétrique calculé du pic gauche (c) profil expérimental soustrait du profil calculé du pic gauche et profil symétrique calculé du pic droit

On calcule dans un premier temps des profils analytiques symétriques. A partir des profils expérimentaux (figure III.59a) on procède d'abord au calcul du profil gauche du premier pic puis on prend pour sa partie droite le symétrique de la partie gauche (figure III.59b). On procède, de la même façon, au calcul du profil symétrique du pic suivant du diagramme de diffraction après avoir soustrait le profil analytique du premier pic (figure III.59c). On peut ainsi poursuivre cette démarche jusqu'au dernier pic du diagramme.

#### III.2.4.4.2 Calcul de profils asymétriques

Dans un premier temps on soustrait l'ensemble des profils analytiques précédemment calculés (à l'exception du pic dont on souhaite connaître le profil). On détermine alors indépendamment le profil à droite et à gauche du maximum.

On peut répéter deux ou trois fois cette étape pour affiner les profils asymétriques. On obtient des paramètres (largeur de raie, comportement asymptotique,...) différents à gauche et à droite du maximum en intensité du pic (figure III.60).

On constate sur la figure III.60 que le comportement asymptotique calculé à travers l'indice  $n$  de la Pearson VII ne décrit pas parfaitement le pied des profils expérimentaux. Cela s'explique par le fait que l'on ne peut décrire un profil complexe avec un modèle analytique simple ne présentant que quatre paramètres (largeur à gauche, largeur à droite, comportement asymptotique à gauche et le comportement asymptotique à droite). Malgré tout comme la symétrie des CFC est relativement élevée le problème de chevauchement des profils n'est pas critique dans notre étude et n'exige pas l'emploi d'une fonction analytique plus complexe.

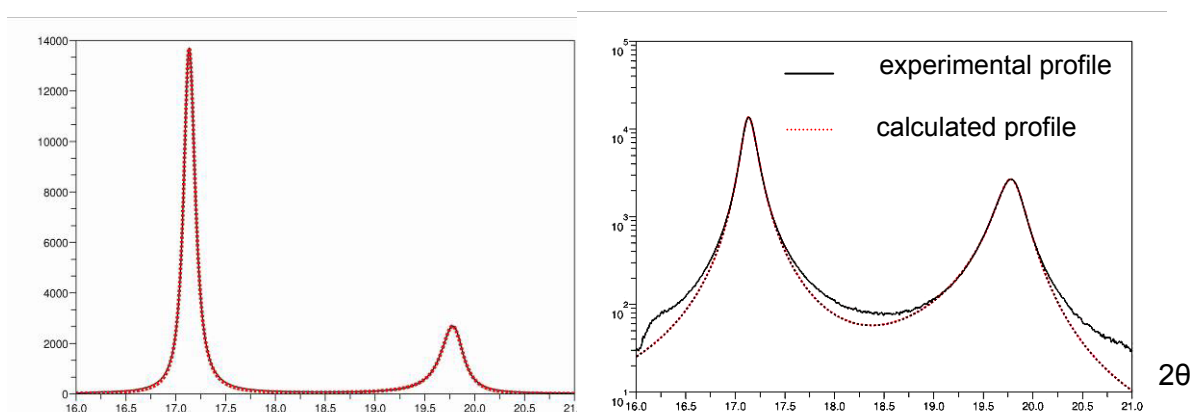


Fig. III.60 : Comparaison des profils analytiques asymétriques avec les profils expérimentaux pour une nuance Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C déformée de 10% vraie à température ambiante par traction uniaxiale. A gauche le résultat avec une échelle linéaire de l'intensité, à droite le même résultat avec une échelle logarithmique de l'intensité

Une fois les profils analytiques calculés il est possible de réaliser une étude de type Williamson-Hall à partir des largeurs à mi-hauteur calculées. Les études plus complexes de type méthode des moments ou analyse des profils des transformées de Fourier deviennent elles aussi accessibles.



## Chapitre IV. Les méthodes d'analyse de profils de raie appliquées à un acier Fe22Mn0.6C déformé à température ambiante

La nuance CC3 (Fe22Mn0.6C) de taille de grain  $3.6\mu\text{m}$  a été déformée par traction uniaxiale à température ambiante (figure IV.61) et ce pour différents niveaux de déformation vraie (5%,10%,15%,20%,32%, à rupture soit environ 45%). Des échantillons minces ont été préparés afin de réaliser l'étude des profils de raies de diffraction en transmission. Les 11 premiers pics de diffraction ont été généralement mesurés (figure IV.62).

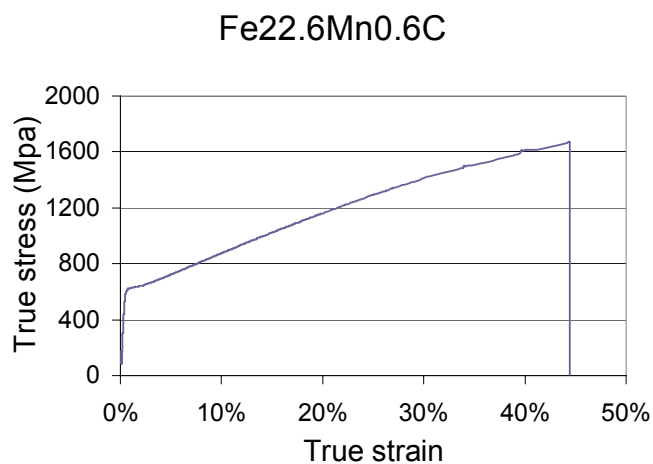


Fig. IV.61 : Essai de traction à température ambiante en contrainte vraie en fonction de la déformation vraie pour un acier de la nuance CC3 (Fe22Mn0.6C) avec une EFE d'environ  $18\text{mJ.m}^{-2}$  à température ambiante



Les études par microscopie optique et électronique ont montré que deux principaux modes de déformation sont activés. Le glissement planaire des dislocations et le maillage mécanique. On a vu précédemment que le glissement planaire était activé dès le début de la déformation (paragraphe I.4.1) mais que l'activation du maillage nécessite une contrainte critique (paragraphe I.4.3). La contrainte critique nécessaire au maillage implique dans ces matériaux une augmentation graduelle du pourcentage de grains maclés (figure I.27) et l'impossibilité pour certains grains de macler. De plus, les modes de germination des macles obéissant à une loi de Schmid (paragraphe I.4.3.1), on observe une activation séquentielle de deux systèmes de maillage (figure I.28).

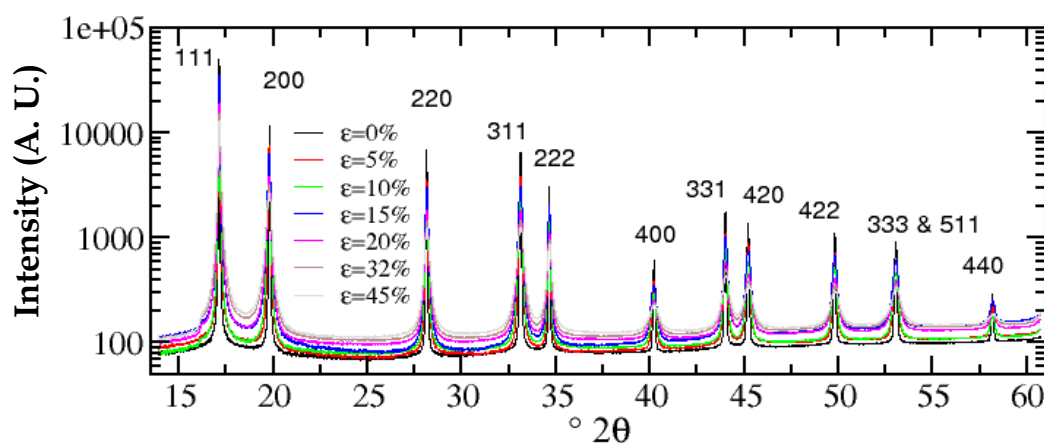


Fig. IV.62 : Diagrammes de diffraction pour la nuance CC3 déformée par traction uniaxiale à température ambiante pour différents niveaux de déformation vraie. Les niveaux de bruit de fond ont été artificiellement modifiés pour plus de lisibilité

Dans ce chapitre nous présenterons l'évolution des densités des défauts au cours de la déformation à partir des mesures de profils de raie sur la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante. Dans un premier temps les résultats des analyses dans l'espace réciproque seront présentées avant d'aborder l'analyse des transformées de Fourier de l'intensité diffractée. Les observations réalisées dans ces deux espaces nous conduiront à développer une nouvelle procédure d'analyse des transformées de Fourier pour prendre en compte les très importantes contraintes internes dans les aciers TWIP FeMnC.

## IV.1 Analyse dans l'espace réciproque

Les profils expérimentaux mesurés par diffraction ont été reconstruits à partir de fonctions Pearson VII que l'on rappelle dans l'équation ci-dessous.

$$f(S) = I_0 \frac{1}{(1 + (2^{2/n} - 1) \cdot \frac{(S - S_b)^2}{\beta^2})^{n/2}}$$

A partir des résultats on peut extraire les données pertinentes pour une étude qualitative des modes de déformation. On s'attardera tout d'abord à réaliser une étude par la méthode de Williamson-Hall (paragraphe II.3.2.1) des élargissements de raies de Bragg, à partir des largeurs à mi-hauteur des pics mais aussi à partir des largeurs intégrales (soit l'intensité intégrée divisée par son maximum).

Dans cette approche nous choisirons de décrire l'élargissement comme la somme de la largeur intégrale provenant des effets de taille avec la largeur intégrale des effets de distorsion (Williamson & Hall, 1953). Cette somme simple est valide dans l'hypothèse où les profils sont lorentziens. L'élargissement s'exprime alors come suit :

$$\Delta S = \Delta S^S + \Delta S^D + \Delta S^I$$

$\Delta S^I$  est l'élargissement instrumental,  $\Delta S^D$  est l'élargissement de la distorsion et  $\Delta S^S$  est l'élargissement des effets de taille.

avec :

$$\Delta S^S = \frac{1}{M_{eff}} = \frac{1}{M} + \frac{(1.5(\alpha' + \alpha'') + \beta)}{a} \langle W_{hkl} \rangle \quad (IV.55)$$

$\Delta S^S$  est fonction de la taille de domaine cohérent M, du facteur de contraste  $\langle W_{hkl} \rangle$  lié aux fautes et de leurs probabilités  $(\alpha', \alpha'', \beta)$ .

et  $\Delta S^D$  (Ungár *et al.*, 2001):

$$\Delta S^D = (Tb\sqrt{\bar{C}\rho}) \cdot S \quad (IV.56)$$

T est une fonction qui dépend de l'organisation des dislocations. En première approximation, elle est fonction de  $R_e$ , rayon de coupure externe des dislocations. Elle ne peut être déterminée qu'à partir d'une étude détaillée des profils de raie (voir par exemple (Wu *et al.*, 1998)). b est le module du vecteur de burgers,  $\bar{C}$  est le facteur de contraste moyen des dislocations et S est la position du pic de Bragg.

### IV.1.1 Résultats préliminaires

Une simple approche visuelle des diagrammes de diffraction permettent de dégager trois points caractéristiques de l'évolution des profils de raie au cours de la déformation des aciers Fe22Mn0.6C à température ambiante (figure IV.63). On constate un très fort élargissement des raies de Bragg mais aussi un déplacement du

maximum d'intensité des pics de diffraction et le développement d'une forte asymétrie des profils. On lie généralement les déplacements des pics de diffraction aux fautes d'empilement et l'asymétrie aux joints de macles (Warren, 1959).

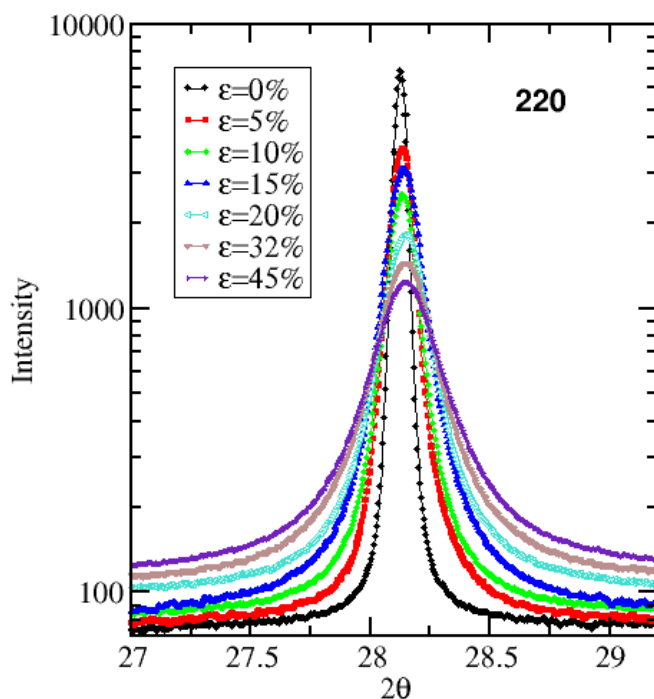


Fig. IV.63 : Profil de la raie (220) des diagrammes de diffraction pour la nuance CC3 déformée par traction uniaxiale à température ambiante pour différents niveaux de déformation vraie. Les niveaux de bruit de fond ont été artificiellement modifiés pour plus de lisibilité

Afin d'aborder notre étude d'un point de vue quantitatif, nous allons simplement étudier la dépendance des élargissements avec le produit du vecteur diffraction par le facteur de contraste moyen  $S\sqrt{C}$ . Cela doit permettre de dégager une première tendance sur l'influence respective des effets de taille et des effets de distorsion. Les aciers FeMnC étant fortement anisotropes il est nécessaire d'évaluer les valeurs des constantes élastiques  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  et  $c_{44}$ . Celles-ci ont été estimées à respectivement 200, 130 et 130GPa (pour plus de précisions on pourra se référer à l'estimation de leurs valeurs en annexe B). Le facteur de contraste moyen a été calculé à partir de ces constantes élastiques et en considérant une population variable de dislocations parfaites vis et coin. Puisque l'on étudie un matériau polycristallin on prendra le facteur de contraste moyen comme la moyenne des douze systèmes de glissements. Les facteurs de contraste des douze systèmes de glissement pour les dislocations vis et coin ont été calculés à l'aide du programme en ligne de Borbély :

<http://metal.elte.hu/anizc/program-cubic.html>

Il convient ici de noter que le calcul n'est valable que si l'on travaille sur une poudre. Dans le cas d'un matériau massif celui-ci ne doit pas présenter de texture importante. Afin d'atténuer les effets de texture qui se développent au cours de la déformation, les échantillons sont mesurés en rotation autour de la normale au plan de laminage à l'aide de la toupie (figure III.54). Les effets de texture étant artificiellement réduits, la méthode de Williamson-Hall, applicable uniquement à des poudres, est appliquée.

#### IV.1.2 Cas de l'échantillon non déformé

L'échantillon non déformé est parfaitement recristallisé. Il a été obtenu à partir d'un état laminé à froid avec un taux de réduction de 50%. Il a été recuit 120s à 800°C. Sur la micrographie MET de la figure IV.64 on peut apercevoir des dislocations isolées. Un comptage sur quelques micromètres carrés a abouti à une estimation de la densité de dislocations de quelques  $10^{12} \text{ m}^{-2}$ .

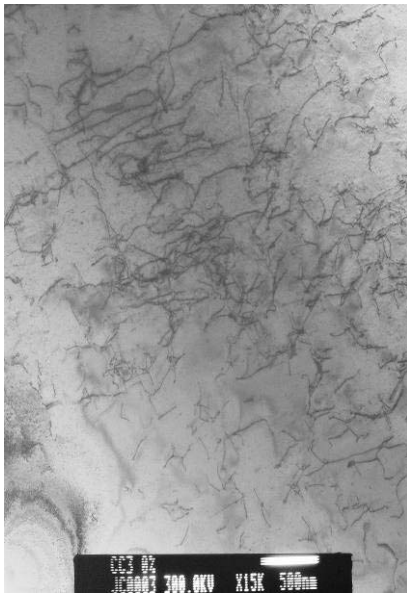


Fig. IV.64 : Image MET en deux ondes de la nuance CC3 non déformée

Après correction de l'élargissement instrumental on trace la largeur intégrale en fonction de  $S\sqrt{C}$ . L'ordonnée à l'origine permet de mesurer la taille de domaine cohérent  $M_{eff}$ . D'autre part, la pente de la courbe donne une valeur qualitative de la densité de dislocations :

$$\Delta S = \frac{1}{M_{eff}} + Tb\sqrt{C}\rho S \quad (IV.57)$$

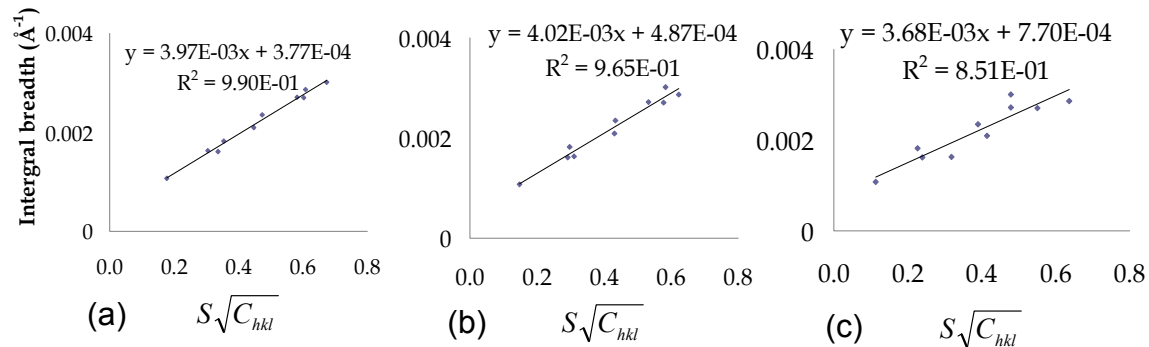


Fig. IV.65 : Détermination de la taille de domaine cohérent et des termes de distorsion par la méthode de Williamson-Hall pour l'échantillon non déformé dans l'hypothèse d'une population de dislocations (a) 100% coin ; (b) d'une population 50% coin et 50% vis ; (c) d'une population 100% vis. Chaque point correspond à la largeur intégrale d'un pic de diffraction du diagramme mesuré

Les résultats sur la figure IV.65 permettent de mettre en évidence plusieurs éléments. Premièrement il y a une bonne linéarité de la relation entre la largeur intégrale  $\Delta S$  et  $S\sqrt{C}$ . Cela signifie que le choix des valeurs des constantes élastiques  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  et  $c_{44}$  est correct. Deuxièmement le coefficient de corrélation est optimum pour une population de dislocations coin. Avec cette hypothèse, la taille de domaine cohérent est de l'ordre de 2600Å, soit 260nm. La taille de domaine cohérent est relativement faible pour l'état non déformé. De plus cette valeur dépend fortement de l'hypothèse sur la population de dislocations. Dans l'hypothèse d'une population 50% vis / 50% coin  $M_{\text{eff}}$  vaut 200nm et dans l'hypothèse 100% vis elle est égale à 130nm.

On rappelle que la densité de dislocations ne peut pas être quantifiée directement à partir de la relation de Williamson-Hall. Néanmoins avec l'hypothèse que  $T \approx 1$  on trouve approximativement  $\rho \approx 10^{14} \text{m}^{-2}$ .

### IV.1.3 Evolution de la taille de domaine et de la distorsion moyenne par la méthode de Williamson-Hall modifiée

Avant de présenter la méthode complète d'analyse de Williamson-Hall prenant en compte les effets de distorsions, les effets de taille isotropes et les effets de taille anisotropes liés aux fautes d'empilement et au maclage, nous montrerons les résultats de cette méthode sans prendre en compte l'anisotropie des effets de taille.

### IV.1.3.1 Evolution de la taille de domaine et de la distorsion moyenne par la méthode de Williamson-Hall modifiée sans l'anisotropie des effets de taille

Appliquons la méthode précédente aux échantillons de la nuance CC3 déformée par traction uniaxiale, toujours en négligeant le caractère anisotrope sur l'élargissement des fautes (c'est-à-dire dépendant de hkl) mais en introduisant le terme quadratique de la relation de Williamson-Hall modifiée. L'équation de Williamson-Hall devient alors :

$$\Delta S = \frac{1}{M} + Tb\sqrt{C} \langle \rho \rangle S - T'b^2C \sqrt{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2} S^2 \quad (\text{IV.58})$$

De cette façon on peut estimer chaque paramètre avec la méthode des moindres carrés sur un polynôme d'ordre deux entre l'élargissement et  $S\sqrt{C}$ .

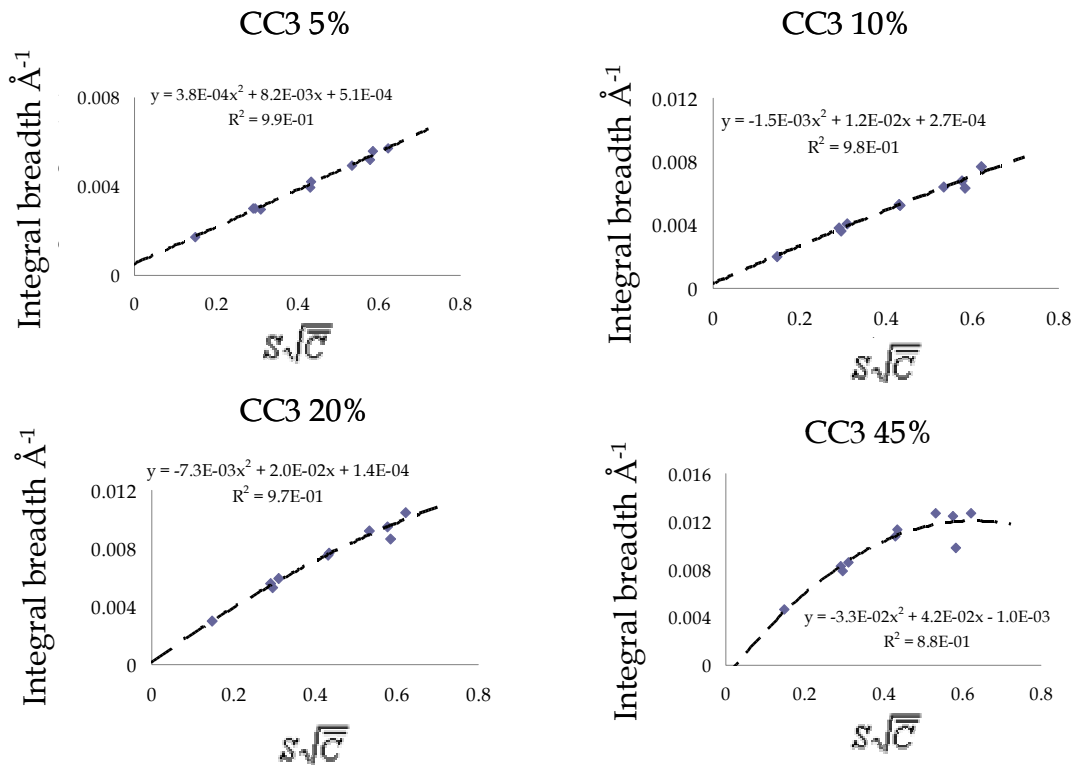


Fig. IV.66 : Détermination de la taille de domaine cohérent et du terme de distorsion par la méthode de Williamson-Hall modifiée pour la nuance CC3. Le facteur de contraste moyen a été calculé pour une population 50% coin et 50% vis. Chaque point correspond à la largeur intégrale d'un pic de diffraction du diagramme

La figure IV.66 montre l'évolution des diagrammes de Williamson-Hall au cours de la déformation, dans le cas où l'on considère une population de dislocations 50% vis et 50% coin. Cette première approche indique clairement une baisse du coefficient de corrélation  $R^2$  avec la déformation. On peut raisonnablement supposer que ce

phénomène est lié au développement de la microstructure de maillage au cours de la déformation.

Si l'on s'attache à décrire l'évolution des différents paramètres avec la déformation on constate que la taille de domaine effective n'a pas une évolution logique. En particulier à rupture, on calcule une taille M négative. Or le maillage intense qui se produit au cours de la déformation devrait avoir pour conséquence de diminuer la taille de domaine.

$\epsilon$	M (nm)	Tb< $\rho$ > (Å)	$T'b^2\sqrt{\{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2\}}$ (Å <sup>2</sup> )
0%	250	0.00451	0.000608
5%	200	0.0082	-0.00038
10%	370	0.012	0.0015
15%	-280	0.0185	0.00997
20%	710	0.02	0.0073
32%	1100	0.0272	0.0134
45%	-100	0.042	0.033

Tab. IV.5 : Mesures de la taille des domaines cohérents M, des termes de distorsion Tb< $\rho$ > et des termes qualifiant la variance de la distribution des dislocations  $T'b^2\sqrt{\{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2\}}$  par la méthode de Williamson-Hall modifiée pour une population 50% coin et 50% vis

La distorsion du réseau, caractérisée par Tb< $\rho$ >, augmente avec la déformation. L'augmentation du paramètre, lié à la variance de la distribution de dislocations, montre un caractère de moins en moins aléatoire de celle-ci (tableau IV.5).

On remarque aussi qu'il est nécessaire d'optimiser la population de dislocations pour obtenir un résultat significatif. Par exemple, à rupture on trouve une taille de domaine cohérente négative avec une population de dislocations 50% vis 50% coin, ce qui n'est pas le cas avec une population 100% vis et ce avec un meilleur coefficient de corrélation.

L'optimisation du terme caractérisant la population de dislocations et l'introduction d'un contraste des fautes sur l'élargissement des pics impliquent l'emploi d'un outil de calcul élaboré. Notre choix s'est porté sur le logiciel Scilab, celui-là même qui a été utilisé pour calculer les profils analytiques des pics de diffraction. La même fonction **leastsq** du logiciel avec le même algorithme de Quasi-Newton a été employée.

### IV.1.3.2 Etude par la méthode de Williamson-Hall modifiée des termes de distorsion et de taille anisotrope

L'utilisation du logiciel Scilab permet d'introduire l'ensemble des éléments de l'équation de Williamson-Hall modifiée (équation IV.59). On peut optimiser la valeur du facteur de contraste moyen  $\bar{C}$  en modifiant la part dans la population de dislocations vis et coin.

$$\Delta S = \left( \frac{1}{M} + \frac{(1.5(\alpha' + \alpha'') + \beta)}{a} W_{hkl} + Tb\sqrt{\bar{C} \langle \rho \rangle S} \right) + T'b^2\bar{C} \left\{ \sqrt{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2} \right\} S^2 \quad (IV.59)$$

Il convient de rappeler en préambule que la méthode de Williamson-Hall présumant des profils lorentziens, ces résultats doivent être considérés avec précaution. Une quantification plus précise et plus rigoureuse doit impliquer une déconvolution des effets de taille et de distorsion.

#### IV.1.3.2.1 Les termes de distorsions par la méthode de Williamson-Hall modifiée

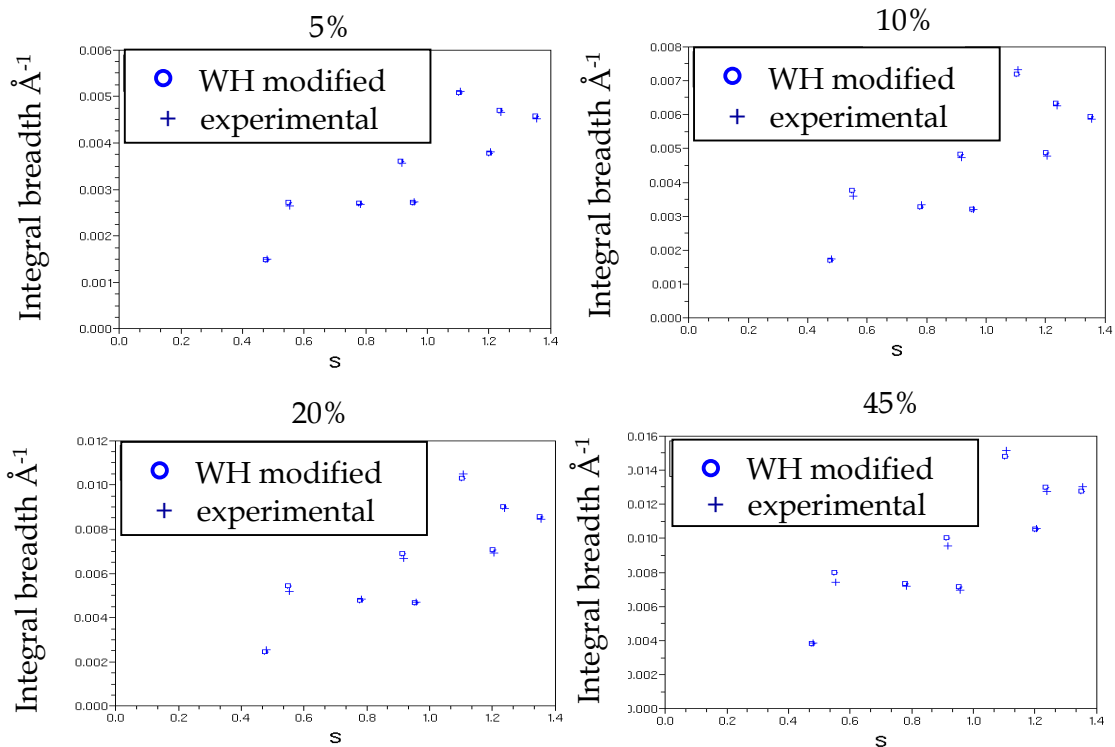


Fig. IV.67 : Résultat de l'optimisation des tailles de domaine cohérent, des termes de distorsion linéaire et quadratique par la méthode de Williamson-Hall modifiée et comparaison avec les largeurs intégrales pour la nuance CC3. Les valeurs expérimentales sont marquées le signe + et les largeurs calculées d'après le modèle de Williamson-Hall sont marquées par le signe o



L'évolution de la largeur intégrale en fonction de la norme du vecteur de diffraction  $S$  est représentée sur la figure IV.67 alors que, sur la figure IV.66, les largeurs intégrales ont été représentées en fonction de  $S\sqrt{C}$  (pour les mêmes niveaux de déformations). Sur la figure IV.67 le facteur de contraste est optimisé pour chaque diagramme de diffraction et différent pour chaque niveau de déformation. Cette méthode permet d'accéder à des informations quantitatives et qualitatives. On a ainsi accès à la taille moyenne effective et notamment les valeurs de la probabilité de fautes  $1.5(\alpha'+\alpha'')+\beta$ . On accède aussi à des mesures qualitatives de la densité de dislocations  $\langle \rho \rangle$  et de sa variance  $\sqrt{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2}$ .

Comme il a été précisé au paragraphe II.3.2.1 l'évaluation précise de la densité de dislocations nécessite une étude fine des profils des pics de diffraction. La méthode dite de Williamson-Hall modifiée permet d'accéder à des informations qualitatives sur la distorsion du réseau. Les résultats du terme de distorsion linéaire,  $Tb\sqrt{C}\langle \rho \rangle$ , et du terme de distorsion quadratique  $T^2b^2C\sqrt{\langle \rho^2 \rangle - \langle \rho \rangle^2}$  sont résumés sur la figure IV.68. Ce dernier terme correspond à la variance de la distribution de dislocations.

Le terme de distorsion linéaire croît proportionnellement à la déformation. Il y a un facteur 5 entre la valeur de l'état non déformé et l'état à rupture ce qui semble a priori peu. Si on pense en terme de densité de dislocations, on aurait alors un rapport 25 entre la densité de dislocations de l'état non déformé et l'état à rupture. La fonction  $T$  peut avoir une influence non négligeable sur l'évolution de ce terme. Ainsi  $T$  est plus grand pour une densité de dislocations réparties aléatoirement que pour une distribution de dislocations ordonnées ce qui peut expliquer le faible valeur de  $Tb\sqrt{C}\langle \rho \rangle$  pour l'état recristallisé et celui déformé à 5% notamment.

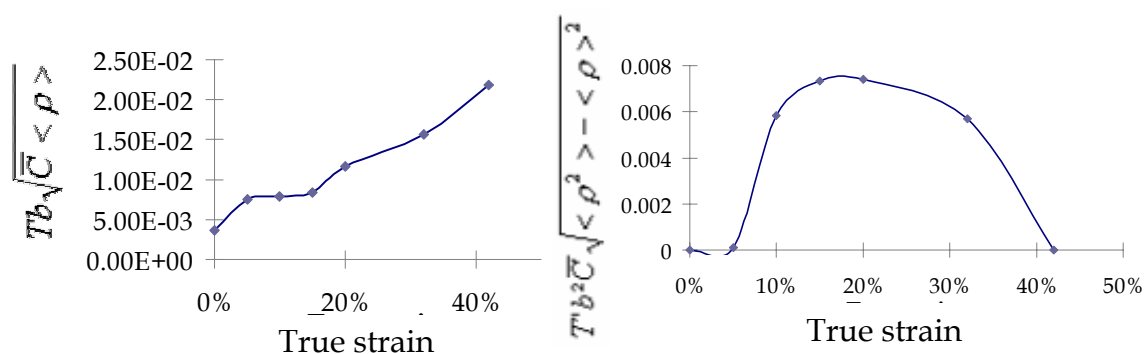


Fig. IV.68 : Evolution du paramètre de distorsion moyen et du paramètre de distorsion quadratique

Le terme quadratique a une évolution assez surprenante. Pour les faibles niveaux de déformation il est relativement négligeable ce qui est caractéristique d'une distribution homogène de dislocations. A partir de 10% de déformation ce terme croit fortement. On peut relier cette augmentation avec un niveau de maillage qui devient suffisamment important pour que les dislocations empilées sur les joints de macles, représentent une part non négligeable de la population de dislocations, augmentant par là l'hétérogénéité de la répartition des dislocations. Le phénomène le plus surprenant est que ce terme quadratique diminue au-delà de 20% de déformation. Tout se passe comme si la densité moyenne de dislocations finissait par correspondre à la densité de dislocations au niveau des empilements.

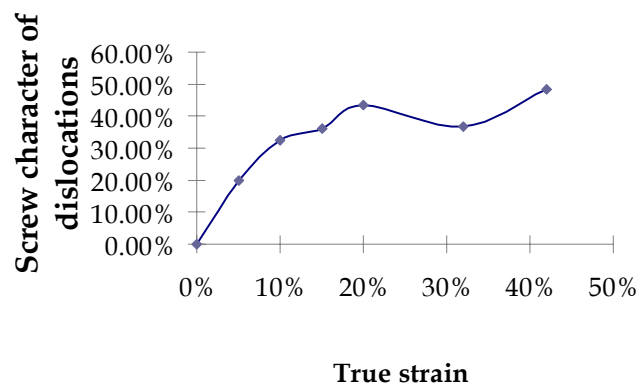


Fig. IV.69 : Evolution du caractère vis des dislocations au cours de la déformation de la nuance CC3

Le dernier élément qui caractérise la population de dislocations est le caractère vis ou coin de celles-ci. On notera que l'on a considéré que les dislocations étaient parfaites. Avec cette hypothèse, les calculs par la méthode de Williamson-Hall modifiée montrent que dans l'état recristallisé la population de dislocations est très majoritairement coin (figure IV.69). Avec la déformation la part de dislocations vis dans la population augmente entre 0 et 10% de déformation pour atteindre une valeur à peu près constante dans la suite de la déformation. Les dislocations vis représentent alors environ 40% des dislocations.

#### IV.1.3.2.2 Les termes de taille liés aux fautes d'empilement et au maillage par la méthode de Williamson-Hall

Les résultats des mesures des probabilités de fautes extraites des diagrammes de diffraction par la méthode de Williamson-Hall sont donnés sur la figure IV.70 (a). On constate que l'on mesure, dans l'échantillon recristallisé, une probabilité de fautes de 0.15%. La probabilité de fautes croît linéairement avec la déformation pour atteindre une densité de 1.2% à rupture. Cela signifie que dans l'échantillon recristallisé les

fautes sont espacées de  $\frac{d_{111}}{1.5\alpha + \beta}$  soit 130nm, à la rupture cette distance est de 16nm (figure IV.70 (b)).

Seuls les joints de macles, de densité  $\beta$ , interviennent dans les modèles de durcissement car les fautes d'empilement ne constituent pas un obstacle fort aux dislocations. Dans l'hypothèse où  $\alpha = \beta$  la distance entre les joints de macles dans l'échantillon recristallisé est de 330nm ; à rupture cette distance est de 40nm. Il faut bien avoir à l'esprit que ces valeurs ne correspondent pas à l'épaisseur des macles mais bien à la distance moyenne entre les joints de macles.

Les valeurs des probabilités de fautes données par le modèle de Williamson-Hall sont plus élevées que celles qui sont observées en microscopie électronique, que se soit par MET ou par EBSD. Avec ce type d'observations on observe des distances entre les macles de l'ordre de la centaine de nanomètres pour l'échantillon déformé par traction jusqu'à la rupture.

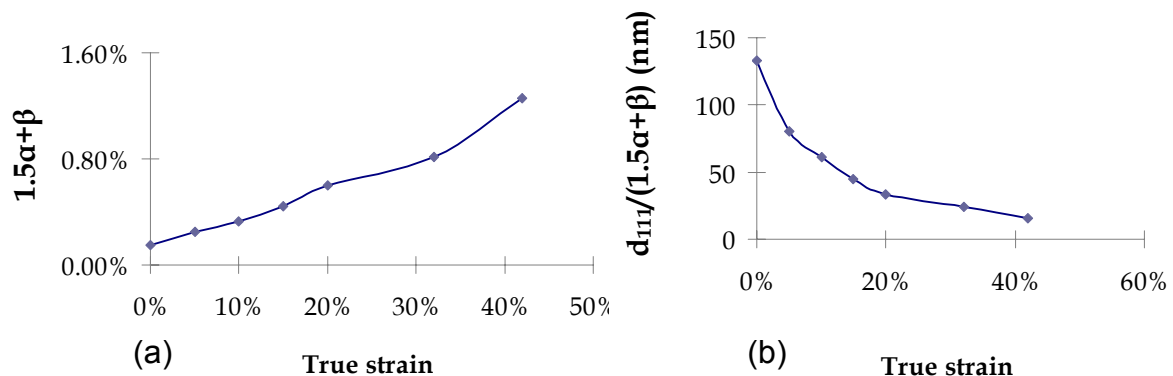


Fig. IV.70 : (a) Evolution de la probabilité de fautes avec la déformation vraie pour la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante. (b) Evolution de la distance entre fautes avec la déformation vraie pour la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante

#### IV.1.4 Mesures de la densité apparente de fautes $\alpha$ à partir des déplacements des pics

L'étude des élargissements des raies de Bragg par la méthode de Williamson-Hall modifiée permet de calculer une probabilité de fautes correspondant à  $1.5\alpha + \beta$ . Le paramètre clef dans l'effet TWIP n'est pas la formation de fautes d'empilement mais bien le maclage induit par la déformation, c'est donc le paramètre  $\beta$  qui doit être mesuré. La mesure de  $\alpha$  peut être réalisée indépendamment du maclage si l'on s'intéresse aux déplacements des pics de diffraction. Une fois réalisée cette mesure, on doit pouvoir évaluer le paramètre  $\beta$ .

#### IV.1.4.1 Mesures classiques de la densité apparente de fautes $\alpha$

La méthode classique pour mesurer  $\alpha$  a été développée par Paterson (Paterson, 1952) et Warren (Warren & Warekois, 1955). Cette méthode a été présentée au paragraphe II.2.1.2.1.2.3. On rappelle que le déplacement des pics de diffraction par rapport à un échantillon de référence sans fautes d'empilement (généralement un échantillon entièrement recristallisé) est proportionnel à la densité apparente de fautes. En se basant à la fois sur la position des pics (111) et (200) on a, en unité  $2\theta$  :

$$\Delta(2\theta_{200} - 2\theta_{111})^\circ = \frac{-90\sqrt{3}}{\pi^2} \alpha \left( \frac{\tan \theta_{200}}{2} + \frac{\tan \theta_{111}}{4} \right)$$

Dans nos calculs nous étudierons les déplacements de chaque pic de diffraction. Le déplacement d'un pic de diffraction individuel s'exprime sous la forme suivante :  $\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_\alpha = \frac{\sqrt{3}}{4\pi} \langle V_{hkl} \rangle \alpha$  où  $\langle V_{hkl} \rangle$  est lié au contraste des fautes d'empilement (voir annexe A) et  $\alpha = \alpha' - \alpha''$ .

On constate que la probabilité de fautes d'empilement croit elle aussi avec la déformation (figure IV.71). La probabilité de fautes d'empilement apparente est par définition nulle sur l'échantillon non déformé. A rupture on atteint une probabilité de fautes d'empilement de 3.0% (figure IV.71). Cette valeur est très élevée et même supérieure à la probabilité de fautes  $1.5\alpha + \beta$  calculée à partir des élargissements. On peut alors se demander s'il n'y a pas un autre phénomène qui pourrait influencer les déplacements des pics de diffraction au cours de la déformation.

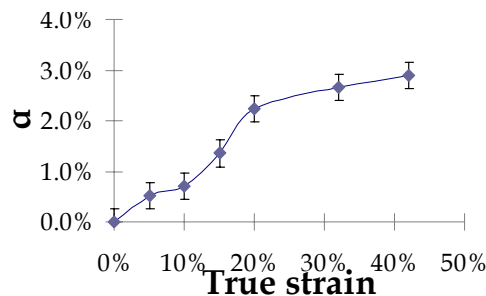


Fig. IV.71 : Evolution de la densité apparente de fautes d'empilement  $\alpha$  avec la déformation vraie pour la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante. Les mesures sont réalisées sur les pics (220) à partir des déplacements des centres de gravité des profils

Le stockage des dislocations peut modifier de façon sensible la masse volumique (Seeger & Stehle, 1956, Lomer, 1957) et par là modifier le paramètre de maille et donc être une source de déplacement de pic. On considère cependant généralement que ces déplacements sont négligeables.

#### IV.1.4.2 Mesures du paramètre de faute $\alpha$ avec correction du changement de masse volumique

##### IV.1.4.2.1 Vérification de l'hypothèse de la non influence des dislocations sur les positions des pics de diffraction

Dans le cas particulier des aciers TWIP les densités de dislocations stockées lors de la déformation peuvent être considérables. Il est donc nécessaire de vérifier que les déplacements de pics que celles-ci peuvent engendrer sont bien négligeables. Pour cela nous nous appuyerons sur une étude récente d'un acier Hadfield (Hutchinson & Ridley, 2006). Les aciers Hadfield sont, comme nos aciers, basés sur le système FeMnC mais ils contiennent moins de manganèse et plus de carbone. Cette étude a montré que dans le cas des aciers FeMnC à effet TWIP les densités de dislocations sont si importantes que des mesures de ces densités peuvent être réalisées par pesée différentielle. En effet, les dislocations engendrent une variation de la masse volumique du cristal. D'après Seeger (Seeger & Stehle, 1956) on a :  $\rho = \frac{D_0 - D}{D_0} 9.10^{18}$ , avec D et  $D_0$  les densités des échantillons déformés et de référence respectivement.

On va extrapoler la densité de dislocations de notre échantillon à rupture avec les données sur l'acier Hadfield. A rupture sur nos aciers la contrainte vraie est d'environ 1400MPa. Sur la figure IV.72 on constate qu'à ce niveau de contrainte la densité de dislocations est d'environ  $7.10^{15}m^{-2}$ . A cette densité correspond une variation relative de masse volumique d'environ  $8.10^{-4}$ .

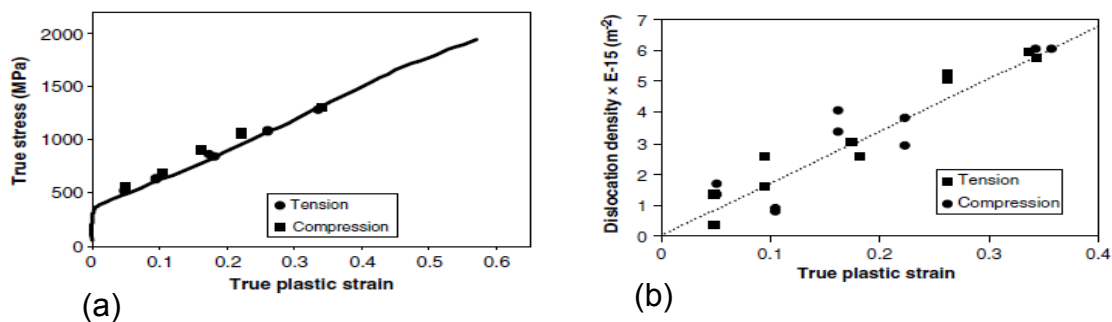


Fig. IV.72 : (a) Contrainte vraie en fonction de la déformation vraie et les conditions des essais. (b) Densités de dislocations mesurées à différents niveaux de déformation (Hutchinson & Ridley, 2006)

Cette variation de masse volumique  $\frac{\Delta V}{V}$  induit une variation du paramètre de maille  $\frac{\Delta a}{a}$  et donc des déplacements relatifs des pics de Bragg  $\frac{\delta(S)}{S}$ . On a :

$$\left| \frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V} \right| = \left| \frac{\Delta a}{a} \right| = \left| \frac{\delta(S)}{S} \right| = \frac{8 \cdot 10^{-4}}{3} \approx 3 \cdot 10^{-4}$$

On a vu qu'à rupture on avait mesuré une densité apparente de fautes d'empilement de 3.0% (figure IV.71), cette densité correspond à un déplacement relatif  $\frac{\delta(S)}{S}$  pour le pic (220) d'environ  $10^{-3}$ . Cette valeur est du même ordre de grandeur que la variation de paramètre de maille induite par la densité de dislocations. Par conséquent, pour une meilleure précision, il est nécessaire de corriger la variation de paramètre de maille introduite par les dislocations.

#### IV.1.4.2.2 Correction du changement de masse volumique induit par les dislocations sur les mesures des densités apparentes de fautes $\alpha$

Dans le cas de la détermination des contraintes résiduelles, où l'on a aussi la présence de fautes d'empilement, il est nécessaire de modifier la procédure d'identification des contraintes (Marion & Cohen, 1975, Cullity, 1964). Dans une démarche similaire nous allons présenter une méthode qui permet de corriger les effets d'une forte densité de dislocations sur les déplacements des pics de Bragg. Cette méthode est aussi applicable dans le cas où une contrainte externe est appliquée.

La variation de masse volumique est équivalente en diffraction à la modification du paramètre de maille. Par conséquent on obtient un effet sur la position des pics de Bragg semblable à celui d'une contrainte isostatique. On a :

$$\frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V} = \frac{\Delta a}{a} = -\frac{\delta(S)}{S} = -\frac{1/d_{hkl} - 1/d_{hkl}^0}{1/d_{hkl}^0} \quad (IV.60)$$

$\frac{\Delta V}{V}$  est la variation de masse volumique liée à la densité de dislocations,  $a$  est le paramètre de maille,  $\Delta a$  la variation de paramètre de maille,  $d_{hkl}^0$  est la distance inter-réticulaire pour l'échantillon sans dislocations et  $d_{hkl}$  celle pour l'échantillon avec une forte densité de dislocations.

Le déplacement d'un pic de diffraction individuel dû à une variation de paramètre de maille s'exprime, en unité S, sous la forme suivante :

$$\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{\varepsilon} = \frac{1/d_{hkl} - 1/d_{hkl}^0}{1/d_{hkl}^0} = -\varepsilon_{hkl} \quad (IV.61)$$

Les déplacements des pics de diffraction liés aux changements de paramètres de mailles obéissent à une loi similaire à celle de la déformation élastique induite par une contrainte isostatique. On a alors :

$$\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{hkl} + 2 \left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{2h2k2l} \approx -\varepsilon_{hkl} - 2\varepsilon_{2h2k2l} = -3\varepsilon_{hkl} \quad (\text{IV.62})$$

Le déplacement d'un pic de diffraction individuel dû aux fautes d'empilement s'exprime, en unité S, sous la forme suivante :

$$\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{\alpha} = \frac{\sqrt{3}}{4\pi} \langle V_{hkl} \rangle \alpha \quad (\text{IV.63})$$

Pour les triplets hkl et 2h2k2l on remarque que l'on a systématiquement  $V_{hkl} = -2V_{2h2k2l}$

Par exemple pour 111 et 222 :

hkl	Lo	$V_{hkl} = (\pm) L_0/h^2_0$
111	3	0
11-1	1	1/3
1-11	1	1/3
1-1-1	-1	1/3
-111	1	1/3
-11-1	-1	1/3
-1-11	-1	1/3
-1-1-1	-3	0

(a)

hkl	Lo	$V_{hkl} = (\pm) L_0/h^2_0$
222	6	0
22-2	2	-1/6
2-22	2	-1/6
2-2-2	-2	-1/6
-222	2	-1/6
-22-2	-2	-1/6
-2-22	-2	-1/6
-2-2-2	-6	0

(b)

Tab. IV.6 : Calcul de constantes individuelles  $V_{hkl}$  pour les triplets (a) (111) et les triplets (b) (222)

Si on considère que les déplacements  $\delta S$  sont petits devant S, on a :

$$\frac{\delta(S)}{S} = \left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{\varepsilon} + \left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{\alpha} \quad (\text{IV.64})$$

On en déduit les deux relations ci-dessous :

$$\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{hkl} + 2 \left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{2h2k2l} \approx -\frac{1}{3} \frac{\Delta V}{V} + \frac{\sqrt{3}}{4\pi} V_{hkl} \alpha - \frac{2}{3} \frac{\Delta V}{V} + 2 \frac{\sqrt{3}}{4\pi} V_{2h2k2l} \alpha, \text{ soit :}$$

$$\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{hkl} + 2 \left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{2h2k2l} \approx -\frac{\Delta V}{V} \approx \frac{\rho}{9.10^{18}} \quad (\text{IV.65})$$

Cette première relation permet de calculer la densité de dislocations directement à partir des déplacements des pics de diffraction en éliminant l'effet des

fautes d'empilement. Les densités de dislocations calculées par ce biais seront présentées plus loin dans ce manuscrit (au paragraphe V.1.3.2).

$$\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{hkl} - \frac{1}{2} \left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{2h2k2l} \approx -\varepsilon_{hkl} + \frac{\sqrt{3}}{4\pi} V_{hkl} \alpha + \varepsilon_{2h2k2l} - \frac{\sqrt{3}}{8\pi} V_{2h2k2l} \alpha, \text{ soit :}$$

$$\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{hkl} - \frac{1}{2} \left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{2h2k2l} \approx \frac{5\sqrt{3}}{16\pi} V_{hkl} \alpha \quad (\text{IV.66})$$

Cette seconde relation permet de calculer la probabilité de fautes d'empilement après correction des effets de changement de masse volumique ou des effets de contraintes internes résiduelles par exemple (figure IV.73).

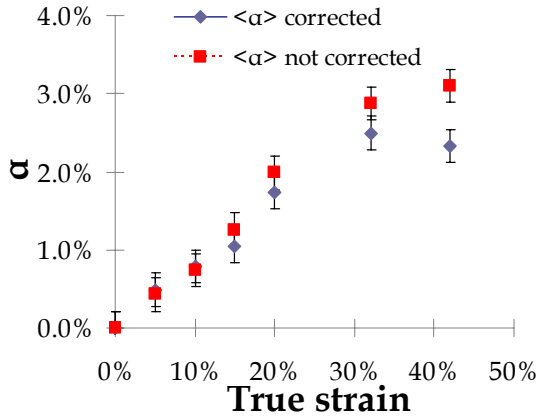


Fig. IV.73 : Evolution de la densité apparente moyenne de fautes d'empilement  $\langle \alpha \rangle$  avec la déformation vraie pour la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante. Les mesures non corrigées sont le résultat de la moyenne des trois premiers pics (111), (200) et (220). Les mesures corrigées de  $\langle \alpha \rangle$  sont réalisées sur les pics (111), (200) et (220) et corrigées avec leur harmonique supérieur

La probabilité de fautes d'empilement corrigée (figure IV.73) croit linéairement avec la déformation et semble saturer lorsque l'on approche de la rupture. Si on compare les résultats entre les probabilités de fautes apparentes corrigées et non corrigées, on constate que l'écart entre les deux reste faible. Cet écart ne devient significatif que lorsque l'on a de grands niveaux de déformation.

Les résultats de la figure IV.73 peuvent être comparés avec des données trouvées dans la littérature. Par exemple une mesure des largeurs des pics de diffraction sur un acier Fe-23Mn-2Si-2Al déformé à rupture en traction à  $-60^{\circ}\text{C}$  a conduit à une valeur de  $1.5\alpha + \beta$  de 1.25% (en appliquant la méthode de Williamson-Hall) (Huang *et al.*, 2006).

Des mesures des aciers Fe-Mn-Al-Si de diverses compositions déformés en traction à température ambiante ont conduit à des mesure de  $\alpha$  comprises entre 1 et 3.8% (Huang *et al.*, 2008) (à partir des déplacements de pics et suivant la méthode classique de Paterson (Paterson, 1952)). On a les résultats suivant :



Fe-Mn-Al-Si	$\alpha$
Fe-20Mn-2.4Si-1.95Al	1%
Fe-20.7Mn-2Si-2.46Al-0.022N	1.10%
Fe-22.5Mn-2.4Si-1.2Al-0.011N	2.60%
Fe-21.5Mn-3Si-0.7Al-0.052N	3.80%

Tab. IV.7 : Mesures des densités apparentes de fautes d'empilement des aciers FeMnX (Huang *et al.*, 2008)

Ces résultats proches de ceux que l'on a mesuré confortent notre analyse, en particulier la quatrième nuance présente comme dans la nôtre un fort effet TWIP et une probabilité de fautes d'empilement apparente comparable. Les trois premières nuances présentent une formation de martensite  $\varepsilon$  induite par la déformation liée à une composition moins riche en manganèse et/ou en silicium. On notera que les faibles valeurs de  $\alpha$  peuvent surprendre car ces aciers, s'ils présentent cet effet, ont une EFE plus faible. Ce phénomène doit être relié à la nature de  $\alpha$ . Dans le cas des déplacements de pic on rappelle que  $\alpha$  correspond à  $\alpha' - \alpha''$ , c'est-à-dire la probabilité de fautes d'empilement intrinsèques moins la probabilité de fautes d'empilement extrinsèques (paragraphe II.2.1.2.1.2.4). La diminution de  $\alpha$  signifie simplement que la probabilité de fautes extrinsèques augmente avec la baisse de l'EFE. Ceci rejoint les observations réalisées en microscopie électronique à transmission sur des aciers TRIP austénitiques (Idrissi *et al.*, submitted).

#### IV.1.4.2.3 Comparaisons avec les prédictions de Velterop

Pour de grandes valeurs de probabilité de fautes d'empilement le modèle de Warren doit être corrigé (Velterop *et al.*, 2000). Lorsque  $\alpha$  augmente la linéarité entre  $\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{hkl}$  et  $\alpha$  est perdue. En plus de cette perte de linéarité les déplacements des pics de diffraction peuvent devenir très différents de ce que prévoit le modèle de Warren. Par exemple si l'on s'attarde sur le détail du calcul de facteur de contraste  $V_{311}$  (on rappelle  $\langle V_{hkl} \rangle = \sum_b (\pm) \frac{L_0}{h_0^2(u+b)}$  voir paragraphe II.2.1.2.1.2.3), on s'aperçoit qu'il y a trois cas possibles. Le cas  $L_0=5$  ou  $-5$  ( $L_0=h+k+l$ ), dans ce cas les pics correspondant à ces orientations sont très élargis et le déplacement est très important, le cas  $L_0=1$  ou  $-1$ , dans ce cas les pics sont peu élargis et le déplacement est très limité et le cas  $L_0=3$  ou  $-3$  et dans ce cas les pics de diffractions sont inchangés (tableau IV.8).

hkl	L <sub>0</sub>	±
311	5	-
31-1	3	0
3-11	3	0
3-1-1	1	+
-311	-1	-
-31-1	-3	0
-3-11	-3	0
-3-1-1	-5	+

Tab. IV.8 : Les valeurs de L<sub>0</sub> et le signe intervenant dans le calcul des constantes V<sub>hkl</sub> pour chaque orientation

Considérant que la probabilité de fautes est déterminée à partir de la position du maximum du pic de diffraction, qui est la somme des pics représentant toutes les orientations, mais que les pics se déplaçant beaucoup sont aussi très élargis

$\left( \langle W_{hkl} \rangle = \sum_b \frac{|L_0|}{h_0(u+b)} \right)$  et que donc leur maximum d'intensité est faible, ces orientations contribuent finalement peu à déplacer le maximum global de la raie de diffraction.

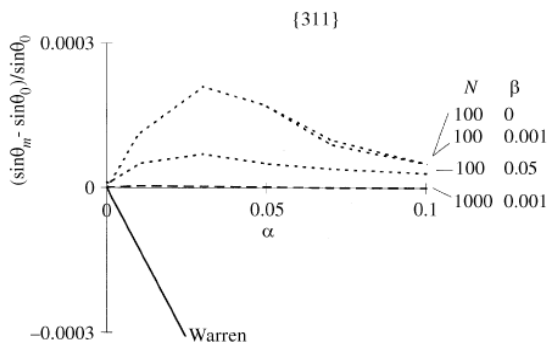


Fig. IV.74 : Evolution du déplacement du pic de diffraction (311) en fonction de la probabilité de fautes d'empilement α. Le paramètre N correspond au nombre de plans (111) dans la colonne suivant la direction définie par le vecteur de diffraction  $\vec{S}$ . β est la densité de joint de macle (Velterop et al., 2000)

Dans le cas du triplet (311) si l'on néglige les orientations L<sub>0</sub>=5 ou -5, c'est à dire les orientations qui provoquent les plus fort élargissement et qui influencent donc moins les positions des maxima d'intensité des pics,  $\langle V_{311} \rangle$  passe de la valeur  $-\frac{1}{11}$  à

la valeur  $+\frac{1}{33}$ . En effet si on calcule  $\langle V_{311} \rangle = \sum_b (\pm) \frac{L_0}{h_0^2(u+b)}$  en excluant les triplets

(311) et (-3-1-1) du calcul,  $u+b=6$  et  $\sum_b (\pm) \frac{L_0}{h_0^2} = \frac{2}{11}$ , soit  $\langle V_{311} \rangle = \frac{1}{33}$ . Dans ce

cas le déplacement du pic de diffraction pour une poudre est de sens opposé à celui prévu dans le modèle de Warren (figure IV.74).

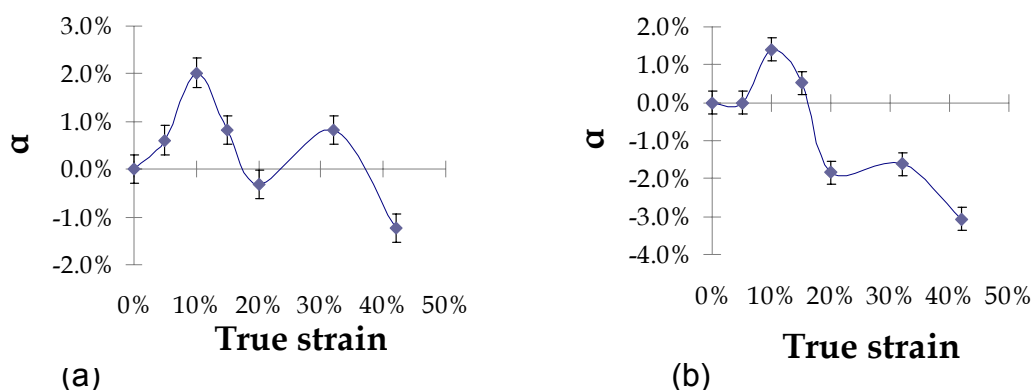


Fig. IV.75 : Evolution de la probabilité de fautes d'empilement  $\alpha$  calculée à partir du modèle de Warren sur le déplacement des centres de gravité des pics (311) (a) et sur le déplacement des positions des maxima d'intensité des pics de diffraction (311) (b)

L'analyse du déplacement du pic (311) sur la nuance CC3 avec l'échantillon placé sur la toupie montre effectivement une tendance à un déplacement des positions des maxima d'intensité des pics de diffraction contraire aux prévisions du modèle de Warren. La probabilité de fautes d'empilement  $\alpha$  calculée est alors négative (figure IV.75 b). Cette tendance est beaucoup moins marquée lorsque l'on réalise le calcul de  $\alpha$  à partir des positions des centres de gravité (figure IV.75 a) puisque dans ce cas on considère l'ensemble de l'intensité diffractée et non plus seulement la position du maximum en intensité.

La conséquence directe de ces observations est qu'une forte probabilité de fautes d'empilement peut ne pas conduire à un déplacement flagrant du maximum d'intensité mais plutôt à une évolution marquée de l'asymétrie des pics de diffraction. Ceci signifie d'une part qu'il est alors impossible de mesurer la probabilité de joints de macles à partir de l'asymétrie des profils puisque les fautes d'empilements ont une forte influence sur celle-ci et d'autre part que les probabilités de fautes d'empilement doivent être déterminées à partir des déplacements des centres de gravité des pics de diffraction.

#### IV.1.4.2.4 Conclusions

Le premier élément à signaler, afin d'interpréter les résultats, est que les mesures de probabilités de fautes d'empilement apparentes réalisées à partir des déplacements des pics de diffraction sont supérieures aux valeurs des probabilités de fautes mesurés sur les élargissements des raies. Ceci est d'autant plus surprenant que la probabilité de fautes mesurée à partir des élargissements correspond à  $1.5\alpha + \beta$ , avec  $\alpha = \alpha' + \alpha''$ , alors que la probabilité de fautes mesurée sur les déplacements de

pics de diffraction correspond à  $\alpha$ , avec  $\alpha = \alpha' - \alpha''$ . Dans la figure IV.76 on a comparé les élargissements expérimentaux avec les élargissements simulés par la probabilité de fautes d'empilement calculée à partir des déplacements des pics. On notera que de telles probabilités de fautes d'empilement seraient responsables de la majeure partie de l'élargissement expérimental, voir supérieures à celui-ci. Pourtant si l'on regarde les résultats obtenus au début de ce chapitre, on avait constaté (figure IV.65) que l'élargissement avait une forte dépendance avec  $S\sqrt{C}$  et non pas avec les coefficients liés aux fautes. On en conclut que la probabilité de fautes d'empilement  $\alpha$  déterminée par le déplacement des pics de diffraction est assez largement surévaluée. Ce point est très important car il empêche toute séparation rigoureuse de la probabilité de fautes apparentes  $\alpha$  de la densité de joints de macles  $\beta$  en l'état actuel des connaissances à partir de la méthode de Williamson-Hall.

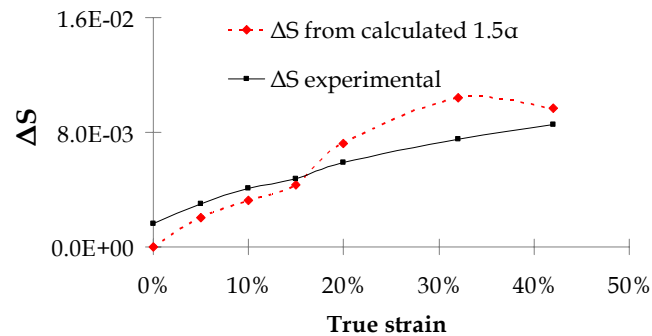


Fig. IV.76 : Evolution de l'élargissement des pics de Bragg (200) et de l'élargissement calculé sur ce même pic à partir de la densité apparente de fautes d'empilement  $\alpha$  déterminée à partir des déplacements de pics

La méthode de correction de la mesure de la probabilité de fautes d'empilement par les pics multiples, présentée au paragraphe IV.1.4 n'a pas apporté une diminution suffisante de la densité de fautes d'empilement pour faire concorder les probabilités de fautes calculées à partir des déplacements des pics avec les probabilités de fautes calculées à partir des élargissements. Cette méthode peut néanmoins présenter des avantages considérables si l'on cherche à évaluer des contraintes résiduelles dans un matériau à faible EFE. En effet cette technique permet de séparer les déplacements des pics de diffraction provenant des fautes d'empilement des déplacements de pics provenant d'une variation du paramètre de maille apparent. On notera que la variation de paramètre de maille apparent peut être liée à la modification de la densité de l'échantillon provoquée par les dislocations ou à travers les contraintes d'ordre I (contraintes résiduelles). Dans ce dernier cas ni la texture, ni la complexité des contraintes ne gêne l'interprétation des déplacements de pics liés aux fautes. En effet les contraintes internes mesurées sur la raie  $2h2k2l$  sont exactement les mêmes que

celles mesurées sur la raie hkl car on analyse exactement les mêmes plans des mêmes grains.

La correction du changement volumique devient non négligeable pour les grandes déformations. Cela signifie que les densités de dislocations à ces niveaux sont comparables à celles déterminées par Hutchinson (Hutchinson & Ridley, 2006). A rupture on doit donc s'attendre à une densité de dislocations de  $10^{15}\text{m}^{-2}$  à  $10^{16}\text{m}^{-2}$ .

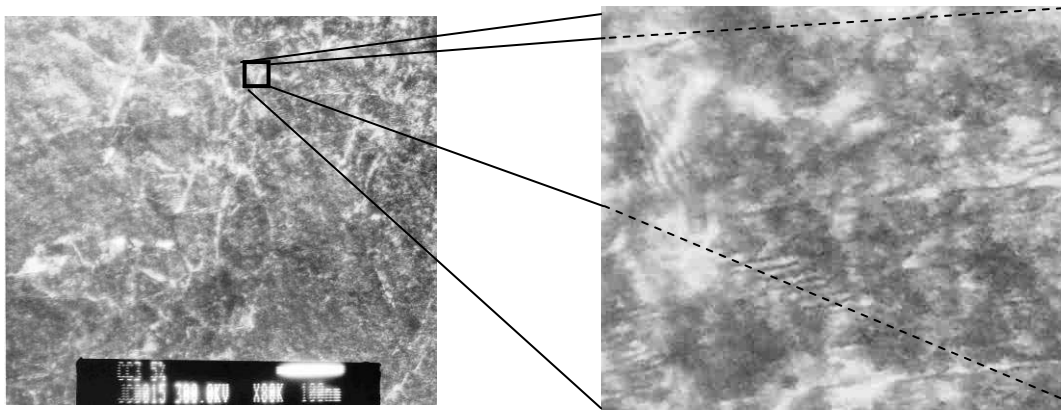


Fig. IV.77 : Micrographie en champ sombre (le vecteur de diffraction appartient à la matrice) sur un acier CC3 déformé à 5% en traction uniaxiale. Sur la photo de droite on aperçoit des franges liées aux fautes d'empilement, celles-ci sont orientées selon deux directions donc deux systèmes de fautes sont activés

Dans les aciers à faible EFE, les fautes d'empilement ont la particularité d'être le résultat de la dissociation des dislocations parfaites (figure IV.77). La conséquence directe de ce phénomène est que les fautes d'empilement ne traversent généralement pas tout le grain mais sont limitées à la distance de dissociation entre la partielle de tête et la partielle de queue. Les hypothèses de Warren sur la nature des fautes d'empilement ne sont donc pas vérifiées. Celles-ci ne traversent pas l'ensemble du domaine cohérent, elles sont limitées à la distance entre les partiels de tête et celles de queue. De plus, deux systèmes de glissement sont généralement activés dans un même grain ce qui implique que les fautes d'empilement ne sont pas limitées à un plan (111), comme dans le modèle de Warren, mais à au moins deux (figure IV.77). La surestimation des densités  $\alpha$  est donc sans doute liée à la non validité des hypothèses de Warren. En effet le niveau des probabilités de fautes est assez élevé et elles sont réparties de manière non aléatoire alors que le modèle suppose de faibles densités réparties aléatoirement. Et, surtout, le modèle suppose qu'un seul système de faute par grain est activé alors qu'il n'est pas rare que deux systèmes soient en réalité activés.

Cependant d'autres éléments doivent intervenir dans ce phénomène. En particulier la non cohérence de ces densités avec celles mesurées à partir des élargissements des pics de Bragg reste largement inexpliquée.

#### IV.1.5 Résultats par la méthode des moments

La méthode de Williamson-Hall ne peut pas être une méthode satisfaisante de séparation des effets de taille et de distorsion du réseau. Si l'on souhaite mesurer les paramètres liés au durcissement (la densité de dislocations et la probabilité de fautes notamment) on peut analyser les comportements asymptotiques des profils de diffraction. En effet la décroissance de l'intensité diffractée obéit à des lois de puissance différente pour les effets de taille et les effets des dislocations. En se basant sur le comportement asymptotique de l'intensité diffractée par des petits domaines, Wilson (Wilson, 1962) a développé une méthode de détermination des effets de taille à partir de l'étude du moment d'ordre 2 de l'intensité diffractée. En utilisant les travaux de Wilkens (Wilkens, 1970) et Groma (Groma, 1998) sur l'intensité diffractée par un cristal contenant des dislocations et des petites tailles de domaine, le moment d'ordre 2 peut s'exprimer sous la forme suivante :

$$m_2(s) = \frac{\int_{-s}^s s^2 I(s) ds}{\int_{-\infty}^{\infty} I(s) ds} = \frac{1}{\pi^2 M} s - \frac{1}{4\pi^2} \frac{t}{K^2 M^2} + \frac{1}{2\pi^2} \Lambda \rho \ln\left(\frac{s}{S_0}\right) \quad (\text{IV.67})$$

avec  $s=S-S_b$ ,  $M$  est la taille de domaine cohérent,  $t$  et  $K$  sont liés à la forme des domaines cohérents en relation avec la cristallographie,  $\rho$  est la densité de dislocations et  $S_0$  est relié au rayon de coupure externe  $R_e$  de celles-ci.  $S_b$  est la position du pic de Bragg et  $S = 2 \sin \theta / \lambda$ .

Dans cette étude nous nous limiterons à l'analyse du moment d'ordre 2. Le moment d'ordre 4 apporte des informations complémentaires sur les distributions de dislocations (Groma, 1998) mais il est très sensible au niveau du bruit de fond.

Sur la figure IV.78 sont représentés les moments d'ordre deux pour le pic de diffraction (220) et ce pour les mêmes niveaux de déformation que ceux des figures IV.66 et IV.67. Les pics (220) ont été choisis car ils sont suffisamment éloignés des autres pour ne pas être gênés par les comportements asymptotiques des pics voisins. Une première analyse visuelle montre une prédominance de plus en plus importante du terme linéaire sur le terme logarithmique. Ceci est en bon accord avec le développement du maillage au cours de la déformation.

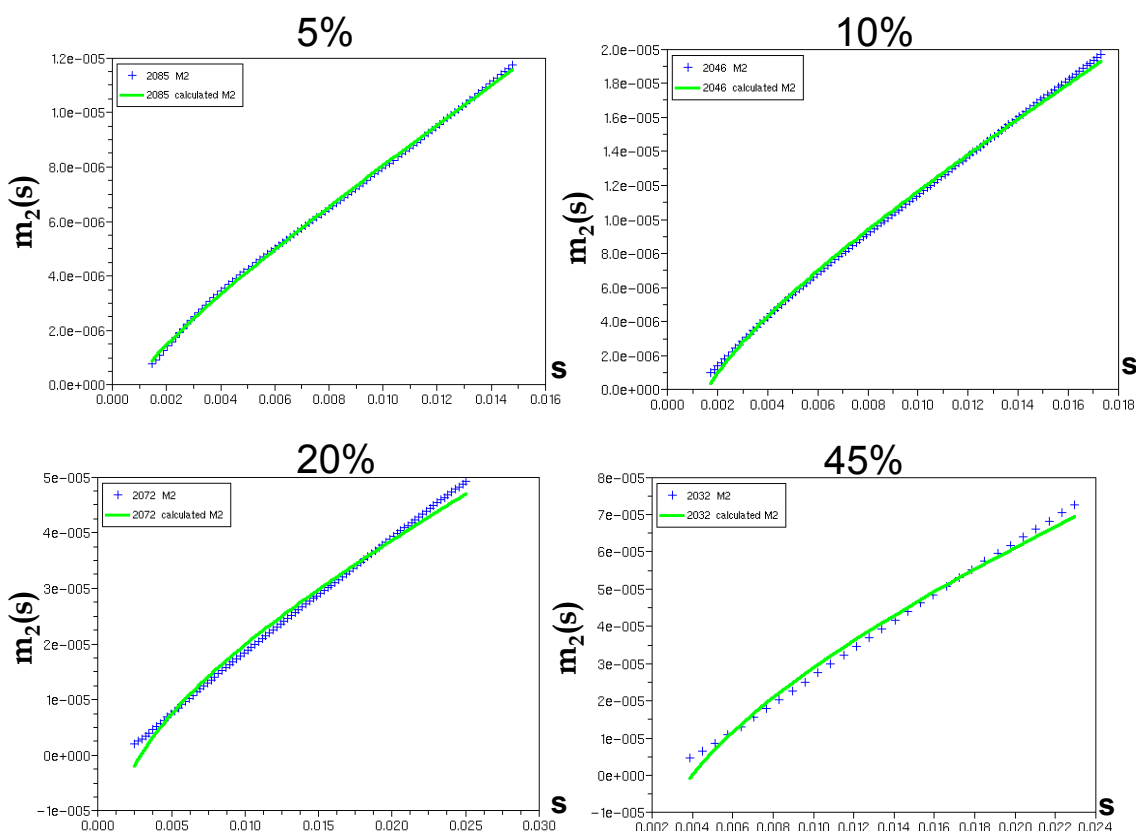


Fig. IV.78 : Détermination de la taille de domaine cohérent effective M et de la densité de dislocations par la méthode des moments à l'ordre 2. Les valeurs expérimentales de  $m_2(s)$  sont marquées par le signe +. Les moments expérimentaux sont calculés à partir des pics (220)

Un autre élément important est l'évolution de la corrélation entre les moments expérimentaux et ceux calculés à partir du modèle. Cette corrélation est excellente au début de la déformation mais se dégrade considérablement avec la déformation.

$\varepsilon$	$\rho$	$1.5\alpha+\beta$
0%	2.7E+14	1.16%
5%	1.5E+15	3.43%
10%	4.8E+15	4.39%
15%	9.2E+15	4.72%
20%	1.9E+16	6.38%
35%	3.0E+16	8.06%
45%	4.0E+16	9.71%

Tab. IV.9 : Les valeurs de la densité de dislocations et de la probabilité de fautes avec la déformation déduites des moments d'ordre 2 mesurés sur les pics (220) d'après l'équation IV.67

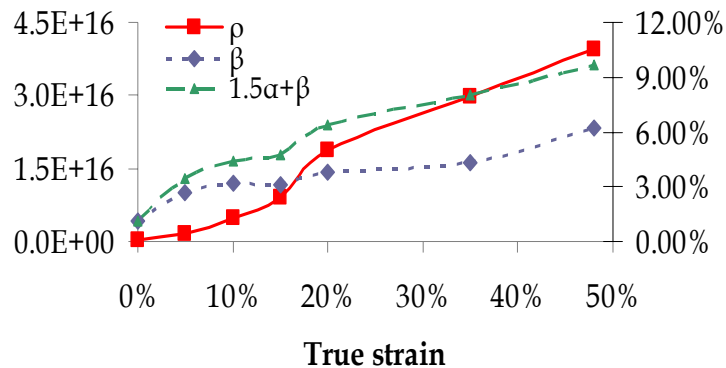


Fig. IV.79 : Evolution de la densité de dislocations et de la probabilité de fautes avec la déformation vraie d'une traction uniaxiale à température ambiante sur la nuance CC3 calculée à partir du moment d'ordre 2 des pics de diffraction (220). La densité de joint de macle  $\beta$  est calculée à partir de la probabilité de fautes  $1.5\alpha + \beta$  représentée ici, et à partir de la probabilité de fautes  $\alpha$  calculée à partir des déplacements de pics

Les résultats donnés dans le tableau IV.9 et la figure IV.79 surprennent non pas tant par l'évolution des paramètres de densité mais par le niveau atteint par celle-ci. En particulier la probabilité de fautes semble très élevée. A rupture la probabilité de fautes apparente mesurée à partir des déplacements des pics de diffraction est de 3% environ. Si on utilise ces valeurs de  $\alpha$  pour déterminer  $\beta$  à partir des valeurs de  $1.5\alpha + \beta$  calculées à partir des moments, on a des valeurs de  $\beta$  comprises entre 3 et 6%, soient des distances moyennes entre joints de macles de l'ordre de 3 à 7nm ce qui est extrêmement faible. Ces valeurs sont inférieures à la largeur des macles individuelles, soit 10 à 50 nm en moyenne. Ces résultats sont d'autant plus surprenants que l'analyse de Williamson-Hall (figure IV.66) semblait indiquer des tailles de domaines plus grandes (de l'ordre d'un facteur 10 sur la figure IV.70).

Pour résumer, les probabilités de fautes estimées à partir des moments sont cohérentes avec les valeurs estimées à partir des déplacements des pics de diffraction mais ne le sont pas avec celles déterminées à partir des élargissements des pics.

Pour aller plus loin dans l'interprétation des résultats il est nécessaire de calculer les valeurs de  $M$  par la méthode des moments sur plusieurs pics de diffraction. Si le domaine effectif calculé correspond bien à un effet des fautes on doit trouver que celui-ci est fonction du facteur de contraste associé aux fautes sur les largeurs à mi-hauteur  $\langle W_{hkl} \rangle$  (voir en annexe A pour les valeurs de  $\langle W_{hkl} \rangle$ ). Bien qu'il soit difficile d'évaluer les moments d'ordre deux sur les pics autres que le (220) les résultats sur l'échantillon déformé à 5% montrent clairement que le paramètre calculé  $M$  est plutôt dépendant du produit  $S\sqrt{C_{hkl}}$  (figure IV.80) et correspond donc à un effet de distorsion lié aux dislocations.



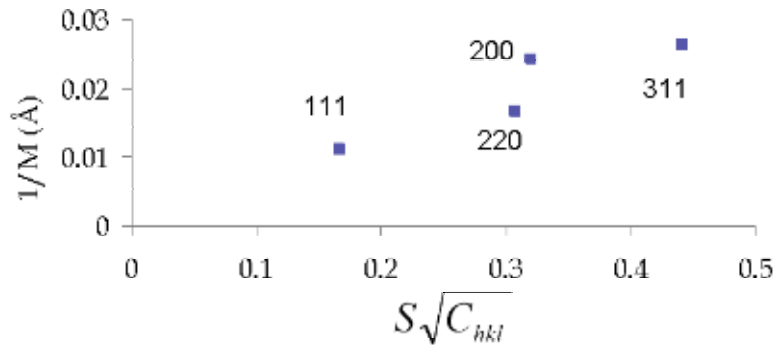


Fig. IV.80 : Evolution de la taille de domaines effectifs pour les 4 premières raies du spectre dans le cas de la nuance CC3 déformée à 5% vraie. Le facteur de contraste est calculé avec 20% de dislocations vis conformément à la figure IV.69

Ce résultat laisse à penser que, dans le cas des aciers TWIP, les contraintes ont des effets complexes. Celles-ci semblent induire un comportement asymptotique en  $s^{-2}$  qui aboutit aux valeurs de M calculées par la méthode des moments sans pour autant que le comportement classique en  $s^{-3}$  soit absent. Ce comportement en  $s^{-3}$  conduit aux valeurs des densités de dislocations calculées sur la figure IV.79. On rappelle que le comportement asymptotique correspondant à la contribution des dislocations à l'intensité est considéré obéir à la relation suivante (Groma & Szekely,

$$2000) : I(s) = \frac{\Lambda\rho}{4\pi^2} \frac{1}{|s|^3} - \frac{3}{16\pi^3} \langle p^2 \rangle \frac{s}{|s|^5} + \dots$$

Le terme en  $s^{-5}$  ne peut être évalué que sur le comportement du moment d'ordre 4 qui n'est pas traité ici. Il semblerait que dans le cas des aciers à effet TWIP un comportement asymptotique supplémentaire soit présent. On aurait alors :

$$I(s) = c\Lambda\sigma \frac{1}{|s|^2} + \frac{\Lambda\rho}{4\pi^2} \frac{1}{|s|^3} - \frac{3}{16\pi^3} \langle p^2 \rangle \frac{s}{|s|^5} + \dots, \text{ la constante } c \text{ et la nature}$$

des contraintes  $\sigma$  restent à déterminer.

L'autre point important à analyser est l'évolution de la densité de dislocations. Sur la figure IV.79 on voit que le rapport des densités de dislocations entre l'état non déformé et le niveau de déformation ultime est de l'ordre de 150 ce qui semble correct. Mais les ordres de grandeurs semblent eux trop élevés d'un facteur 10. Comparons le durcissement calculé selon la relation  $\sigma = \alpha F_i \mu b \sqrt{\rho}$  (équation I.1) et le durcissement réellement observé sur la courbe de traction.

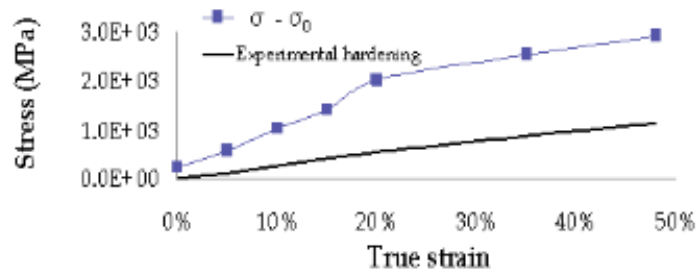


Fig. IV.81 : Durcissement expérimental lors d'un essai de traction comparé aux durcissements calculés à partir des densités de dislocations déterminées à partir des moments des pics de diffraction et suivant un modèle de Taylor (équation I.1)

On a pris  $\alpha = 0.3$ ,  $F_t$  le facteur de Taylor, est égal à 3.06 (cas d'un CFC polycristallin non texturé),  $\mu$ , le module de cisaillement est égal à 62.5GPa et  $b$ , le vecteur de Burgers est égal à  $2.55 \cdot 10^{-10}$  m. Sur la figure IV.81 on a représenté le durcissement  $\sigma - \sigma_0$ , avec  $\sigma_0$  la limite élastique. Le durcissement correspondant aux densités des dislocations est largement supérieur à celui observé expérimentalement. Il y a un facteur trois entre les deux courbes.

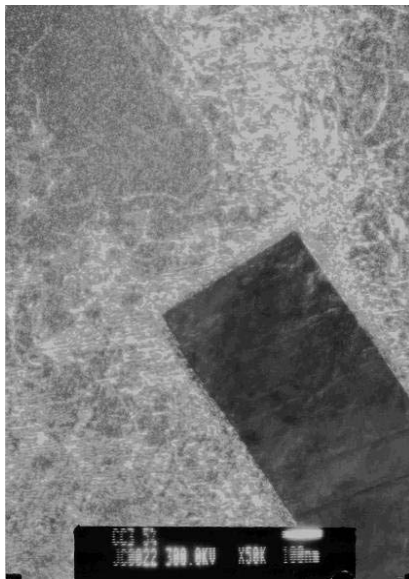


Fig. IV.82 : Micrographie MET, en deux ondes, d'une macle de recuit sur la nuance CC3 déformée à 5% à température ambiante. Les dislocations sont empilées sur les joints de la macle de recuit (présente avant la déformation)

Deux explications peuvent être avancées. D'abord la contrainte d'écoulement est reliée à  $\sqrt{\rho}$  par le paramètre  $\alpha = 0.3$  dans le modèle de Taylor. Or les dislocations ne s'organisent pas selon ce modèle mais plutôt selon un modèle d'empilement de dislocations (paragraphe I.4 et figure IV.82). De cela, il peut résulter que la réduction du libre parcours moyen des dislocations avec ce mode d'organisation est moins efficace et que par conséquent le paramètre  $\alpha$  correspondant est inférieur à 0.3.  $\alpha$  est

ainsi parfois pris comme paramètre permettant d'ajuster les valeurs de  $\sqrt{\rho}$  et de  $\sigma - \sigma_0$ .

Dans une étude de compression in-situ, Schafler (Schafler *et al.*, 2005) a ainsi observé que dans le stade III des CFC à forte EFE, le paramètre  $\alpha$  augmentait avec la déformation et passait de la valeur 0.1 à 0.3 (figure IV.83). Comme dans le cas des aciers CFC à faible EFE le stade III, caractéristique du glissement dévié, n'est jamais atteint, on doit comparer nos résultats avec ceux du début du stade III.

La deuxième explication possible tient à la méthode même de la mesure. Lorsque l'on caractérise une microstructure homogène les pieds des pics de diffraction correspondent aux mêmes valeurs moyennes caractéristiques que leur élargissement. Par contre lorsque la structure devient fortement hétérogène la largeur intégrale donne des informations sur les valeurs moyennes mais les pieds des pics de diffraction sont caractéristiques des zones qui provoquent les élargissements les plus importants. Dans notre cas, caractériser les pieds des pics de diffraction d'un matériau qui présentent d'importants empilements de dislocations revient sans doute à mesurer les densités de dislocations des zones les plus déformées. La densité de dislocations mesurées par la méthode des moments doit correspondre aux densités de dislocations dans les bandes de glissements (figure I.23) ou près des joints de macles.

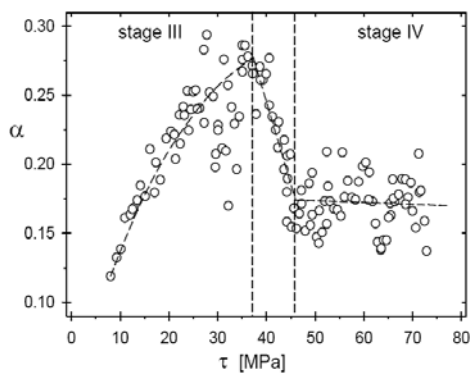


Fig. IV.83 : Evolution du paramètre  $\alpha$  caractérisant le durcissement de la densité de dislocations (équation I.1), pris comme paramètre variable entre la densité de dislocations mesurée par diffraction des rayons X et la scission critique résolue appliquée. Test de compression in-situ sur du cuivre pur (Schafler *et al.*, 2005)

#### IV.1.6 Conclusions

Cette première approche par les modèles classiques soulève un certain nombre d'interrogations.

Les probabilités de fautes d'empilement calculées à partir des déplacements des pics sont apparues comme très élevées et incohérentes avec les élargissements des raies de diffraction.

L'analyse des moments des pics de diffraction a révélé des comportements asymptotiques inattendus provenant des effets de distorsion du réseau. Le niveau des

densités de dislocations calculé soulève quand à lui la question de la représentativité des pieds des pics de diffraction pour calculer des grandeurs moyennes sur l'ensemble du matériau. Pour trancher cette question on s'attachera dans la suite à caractériser la microstructure à partir des transformées de Fourier des profils de diffraction pour obtenir des probabilités de fautes et de dislocations plus représentatives de l'état moyen du matériau.

## IV.2 Mesures des paramètres microstructuraux à partir des profils des transformées de Fourier

La mesure par la méthode des moments a conduit à une surestimation du terme de taille notamment. Afin d'obtenir des valeurs de tailles de domaines et de densité de dislocations correspondant à l'ensemble de l'intensité diffractée il est possible d'effectuer ces mesures à partir des profils des transformées de Fourier des pics de diffraction. On pourra alors comparer ces résultats dans l'espace direct aux mesures réalisées sur les pieds des profils des pics de diffraction (soit dans l'espace réciproque).

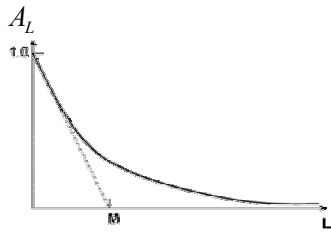
Les coefficients de Fourier déterminés à partir des intensités diffractées sont le produit des coefficients liés aux effets de taille ( $A_L^S$ ), aux effets de distorsion ( $A_L^D$ ) et d'un terme d'origine instrumentale ( $A_L^I$ ) (Wilson, 1950) (paragraphe II.3.1). On a :

$$A_L = A_L^S \cdot A_L^D \cdot A_L^I$$

$A_L^I$  est déterminé à partir d'un standard, ici une poudre de  $\text{LaB}_6$ , on peut corriger du terme de l'élargissement instrumental en divisant les coefficients de Fourier expérimentaux par les coefficients  $A_L^I$  :

$$\frac{A_L}{A_L^I} = A_{Lc} = A_L^S \cdot A_L^D$$

Pour séparer les effets de taille des effets de distorsion on utilisera la méthode dite de la tangente. La dérivée du terme de taille est non nulle en zéro et vaut  $-\frac{1}{M}$  alors que la dérivée du terme de distorsion est nulle en zéro. Par conséquent la dérivée en zéro du produit de  $A_L^S \cdot A_L^D$  vaut  $-\frac{1}{M}$  en  $L=0$ . Si on considère que les effets de distorsion prédominent sur les effets de taille (voir paragraphe IV.1.1) ( $M \gg L$ ) on peut considérer que  $A_L^S$  peut s'exprimer sous la forme suivante :  $A_L^S \approx \exp(-\frac{1}{M}L)$ .



Pour résumer on détermine d'abord  $A_L^S$  à partir de la pente initiale de  $A_{L_c}$ . Puis on calcule les coefficients  $A_L^S$  avec la formule suivante :  $A_L^S \approx \exp(-\frac{1}{M} L)$

Et enfin on mesure les paramètres  $\rho$  et  $R_e$  en identifiant  $A_L^D$  à partir de  $\frac{A_{L_c}}{A_L^S}$  avec l'expression des coefficients de la transformée de Fourier déterminés par Wilkens (Wilkens, 1970):

$$A_L^D = \exp\left\{-\frac{\pi}{2} S^2 \bar{b}^2 \bar{C} \rho L^2 f(\eta)\right\} \quad (\text{voir équation II.37})$$

$S$  est le vecteur de diffraction,  $S = 2 \sin(\theta) / \lambda$ ,  $\rho$  la densité de dislocations et  $\bar{C}$  le facteur de contraste moyen des dislocations et  $\bar{b}$  est le vecteur de Burgers des dislocations.

$$\eta \approx 0.3894 \frac{L}{R_e} \quad R_e \text{ est le rayon de coupure externe des dislocations.}$$

#### IV.2.1 Résultats expérimentaux sur la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante

Le premier élément à vérifier est que l'on obtient une bonne corrélation entre les profils des transformées de Fourier expérimentaux et affinés. Sur la figure IV.84 sont représentés les résultats pour les pics (220) des niveaux de déformation vraie 5, 10, 20 et 45%. On constate que la qualité de la reproduction du profil expérimental par le modèle de Wilkens décroît avec la déformation. On peut relier cette observation aux résultats sur les moments. On avait alors remarqué que le terme qui devait correspondre à un phénomène de taille caractérisait plutôt une contrainte que l'on supposait à longue distance.

Si l'on observe attentivement les profils des transformées de Fourier et notamment leurs dérivées à l'origine on constate que celles-ci sont relativement faibles. Ce résultat est confirmé par les valeurs des tailles de domaines calculées à partir de la dérivée à l'origine des transformées de Fourier expérimentales (figure IV.85a). On trouve une valeur de la probabilité de fautes  $1.5\alpha + \beta$ , pour le niveau de

traction à rupture, de 0.32% soit une distance entre fautes de 62nm. Cette valeur est faible en comparaison de l'élargissement expérimental observé. On rappelle que par la méthode de Williamson-Hall on avait calculé pour cette même probabilité de fautes  $1.5\alpha+\beta$  une valeur de 1.2%.

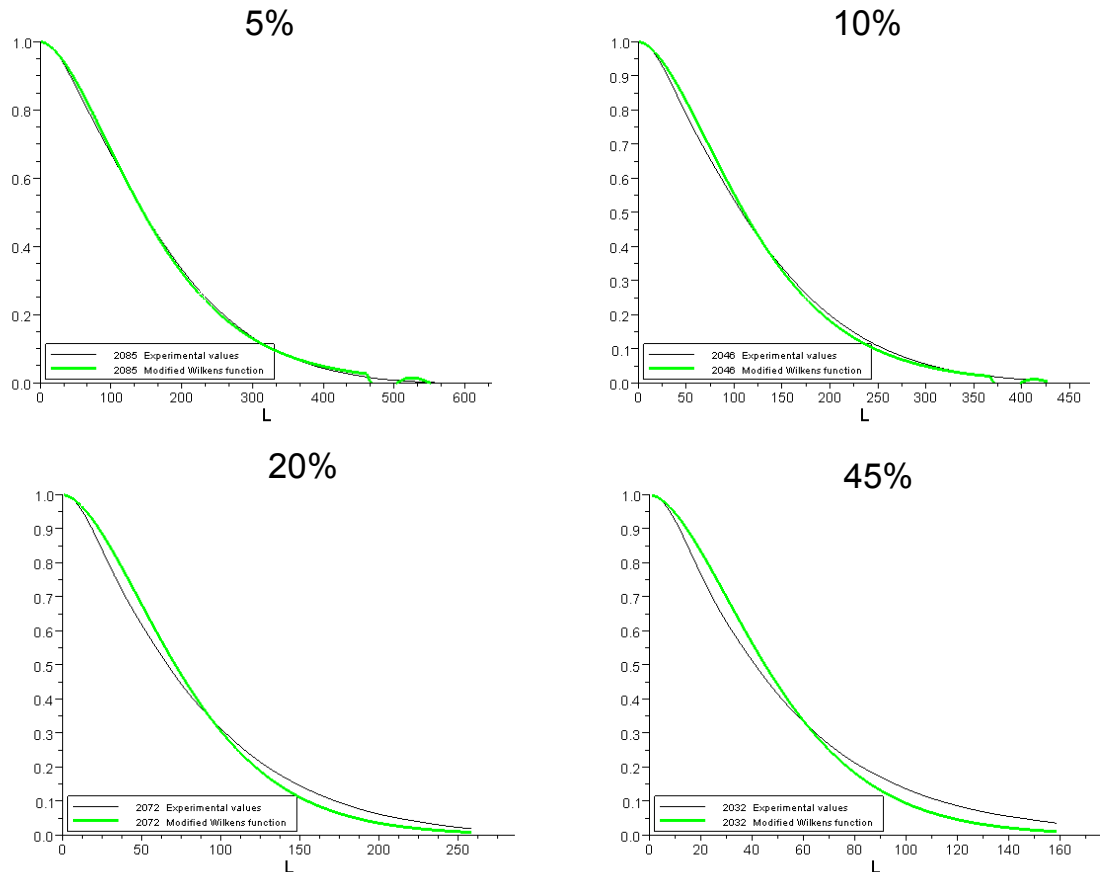


Fig. IV.84 : Détermination de la taille effective de domaine cohérent M et de la densité de dislocations par l'analyse des transformées de Fourier des pics (220)

Les densités de dislocations calculées par cette méthode (figure IV.85) sont inférieures à celles calculées par les moments d'ordre 2, à rupture on a ici  $1.4 \cdot 10^{16} \text{m}^{-2}$  contre  $4 \cdot 10^{16} \text{m}^{-2}$  avec la méthode des moments. Cependant les densités de dislocations que l'on a calculées ici restent trop élevées par rapport à ce qui est attendu. Le durcissement calculé à rupture avec le modèle de durcissement classique ( $\sigma = \alpha F, \mu b \sqrt{\rho}$ ) est, pour une densité de dislocations de  $1.4 \cdot 10^{16} \text{m}^{-2}$ , de 1.7GPa contre un durcissement expérimental de 1.1GPa.

L'incertitude sur les mesures est prise égale à l'écart-type des valeurs estimées sur les 11 premiers pics de diffraction.

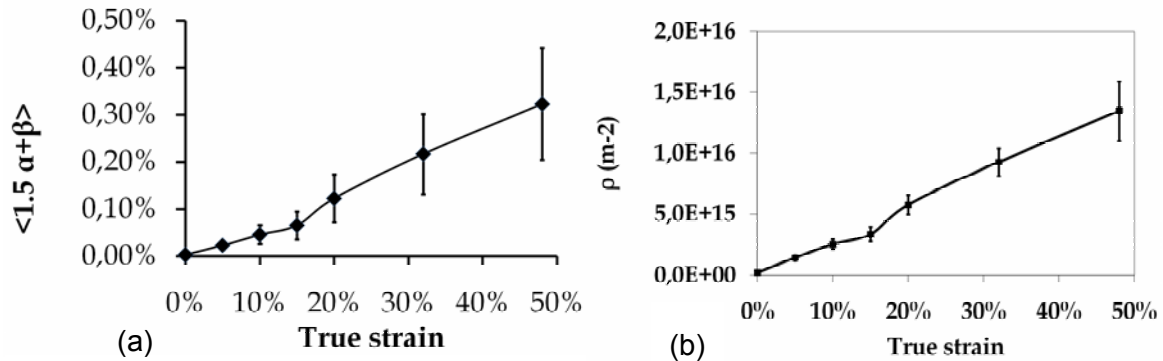


Fig. IV.85 : Evolution de la probabilité de fautes calculée à partir de la dérivée à l'origine de la transformée de Fourier expérimentale (a) et de la densité de dislocations calculée sur ces mêmes transformées de Fourier (b) pour un essai de traction à température ambiante sur la nuance CC3

Avant d'aller plus loin dans l'interprétation des données il convient de comparer notre outil d'analyse à un autre qui fait référence dans le domaine, le programme MWP-fit © de Gábor Ribárik et Tamás Ungár (Ungár *et al.*, 2001, Ribarik *et al.*, 2001). Celui-ci est d'autant plus facile à utiliser dans notre cas que nous avons déjà calculé les transformées de Fourier de nos profils.

#### IV.2.2 Calcul des paramètres microstructuraux avec le programme MWP-fit

Ce programme calcule à partir des profils des transformées de Fourier les paramètres liés à la microstructure c'est-à-dire la densité de dislocations, le rayon de coupure  $R_e$ , la taille de domaines cohérents moyenne et son écart type.

Les effets de distorsion sont évalués en utilisant l'expression de Wilkens sous la forme :

$$A_L^D = \exp\left\{-\frac{\pi}{2} S^2 b^2 \bar{C} \rho L^2 f(\eta)\right\} \quad (IV.68)$$

Les effets de taille sont évalués à partir de la relation de Bertaut (Bertaut, 1950):

$$A_L^S = \frac{1}{M} \left\{ \int_{r=L}^{\infty} r \cdot p(r) dr - |L| \int_{r=|L|}^{\infty} p(r) dr \right\} \quad (IV.69)$$

La forme de la distribution  $p(r)$  choisie est une distribution log-normale.

Le principal avantage de ce programme sur la méthode que nous avons développée est qu'il s'agit d'une méthode dite de Whole Powder Pattern Modelling (WPPM). C'est-à-dire que les paramètres  $\rho$ ,  $R_e$  et  $M$  sont optimisés sur tous les pics de Bragg simultanément. Nous avons utilisé les six premiers pics de diffraction pour les déterminer. Ce programme n'inclut pas les effets de taille anisotrope, ceux-ci ont été incorporés dans un programme plus complexe CMWP-fit © que nous n'utiliserons cependant pas dans cette étude.

$\epsilon$	$\rho$ (m <sup>-2</sup> )	M (nm)
5%	7.5E+14	110
10%	1.9E+15	80
15%	2.9E+15	54
20%	5.6E+15	35
32%	1.1E+16	20
42%	2.4E+16	17

Tab. IV.10 : Densités de dislocations et probabilités de fautes avec la déformation calculées avec le programme MWP-fit sur la nuance CC3

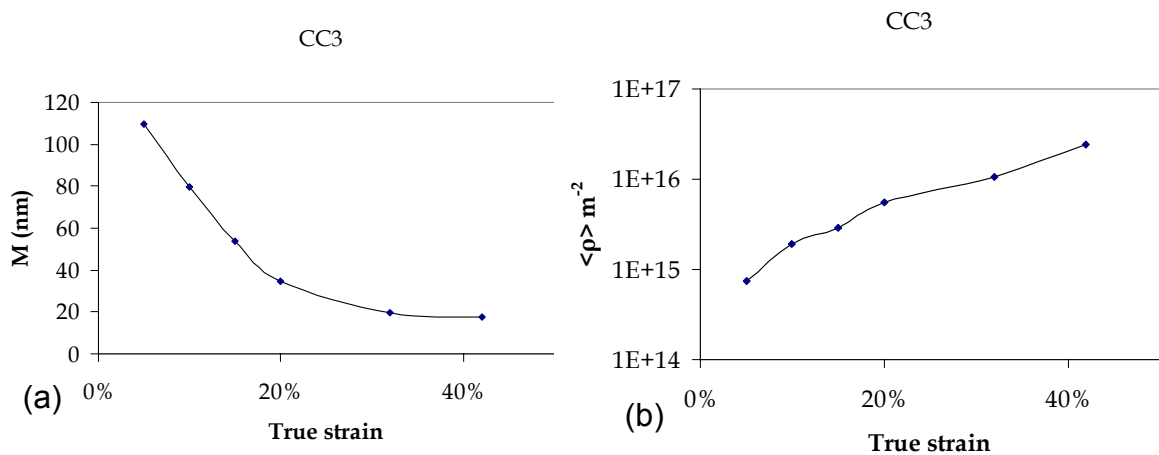


Fig. IV.86 : Evolution de la taille de domaine cohérent calculée avec des domaines sphériques (a) et de la densité de dislocations (b) avec la déformation sur la nuance CC3, d'après les résultats du programme MWP-fit

Les résultats sont donnés dans le tableau IV.10 et sur la figure IV.86. Les densités de dislocations sont comparables à celles que l'on a calculées avec la même relation de Wilkens sur les mêmes transformées de Fourier. A rupture notre programme a calculé une densité de dislocations de  $1.4 \times 10^{16} m^{-2}$ , avec le programme MWP-fit elle est estimée à  $2.4 \times 10^{16} m^{-2}$ . Si l'on estime le durcissement induit par ces densités de dislocations avec  $\sigma = \alpha F_i \mu b \sqrt{\rho}$  on trouve à rupture, pour notre programme un durcissement de 1.7GPa, avec le programme MWP-fit il est de 2.2GPa. On rappelle que le durcissement expérimental (c'est-à-dire la contrainte d'écoulement moins la limite élastique) est de 1.1GPa. On doit donc conclure que soit les densités de



dislocations mesurées avec la méthode de Wilkens sont surévaluées, soit la méthode de calcul de la contrainte d'écoulement avec le modèle de Taylor n'est pas valide, notamment la constante  $\alpha$  caractérisant la force des interactions entre la forêt de dislocations et les dislocations mobiles est inférieure à 0.3.

Considérons maintenant la qualité de la corrélation entre les expressions analytiques trouvées par le programme MWP-fit et les données expérimentales. Dans le cas de notre programme sous Scilab, cette corrélation se dégradait très nettement avec la déformation. On constate que ce n'est pas le cas avec le programme MWP-fit (figure IV.87). Seule une représentation de  $\ln(A_L)$  permet de constater une légère dégradation de la corrélation entre les transformées de Fourier calculées et les transformées de Fourier expérimentales.

Si l'on s'attache au paramètre de la taille de domaine cohérent  $M$ , on constate que celui-ci correspond à des tailles de domaines plus faibles que celles que l'on a calculées avec notre propre programme. Même si le programme MWP-fit ne tient pas compte de l'anisotropie des fautes d'empilement et des macles on peut comparer les ordres de grandeurs des tailles de domaines qu'il calcule avec les tailles de domaines résultant du calcul des probabilités de fautes de notre programme sous Scilab. A rupture, on avait mesuré une probabilité de fautes  $(1.5\alpha+\beta)$  de 0.29%. En prenant  $W_{hkl} \approx 1$  on trouve une taille de domaine correspondante de 120nm.

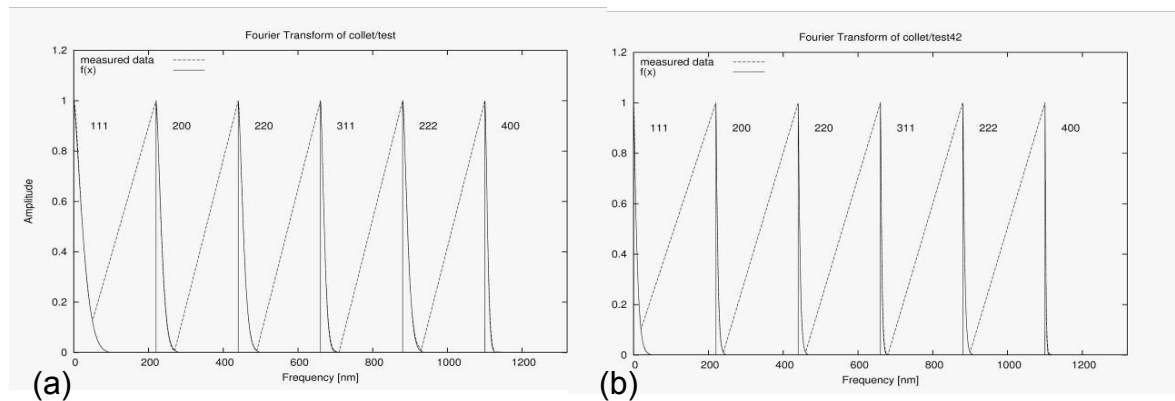


Fig. IV.87 : Profils expérimentaux des transformées de Fourier et profils calculés par le programme MWP-fit pour les 6 premiers pics de diffraction des aciers de la nuance CC3 pour 5% de déformation vraie (a) et 45% de déformation vraie (b)

La corrélation entre les transformées de Fourier expérimentales et celles calculées par le programme MWP-fit est meilleure que celle que l'on obtient, en particulier pour les grands niveaux de déformation et à ces niveaux les effets de taille calculés par le programme MWP-fit sont plus importants. On doit conclure que ce sont les effets de taille qui sont mieux pris en compte dans la méthode de MWP-fit. Ceci

s'explique par le fait que nous n'avons pas cherché à optimiser ce terme, nous l'avons évalué simplement à partir de la pente à l'origine de la transformée de Fourier alors que le programme MWP-fit optimise le terme de taille sur l'ensemble du profil de la transformée de Fourier. On doit cependant bien prendre garde à l'interprétation que l'on peut faire du terme de taille que l'on calcule avec le programme MWP-fit. En effet on a vu, lorsque nous avons utilisé la méthode des moments, que l'on pouvait confondre assez facilement un effet de taille avec un effet de distorsion. Pour clarifier ce point nous allons nous attacher à observer qualitativement le comportement des transformées de Fourier.

### IV.2.3 Remarques sur les profils des transformées de Fourier et le comportement asymptotique

Avant d'analyser qualitativement les comportements des transformées de Fourier nous décrirons le comportement asymptotique des pics de diffraction.

#### IV.2.3.1 Comportement asymptotique des pics de diffraction

Il a déjà été signalé que l'intensité diffractée correspondant à la contribution des dislocations présentait un comportement asymptotique particulier, en première approximation on a (Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963b) et Wilkens (Wilkens, 1970) :

$$I(s) = \frac{\Lambda\rho}{4\pi^2} \frac{1}{|s|^3} \quad (\text{IV.70})$$

Les effets de taille génèrent un comportement asymptotique en  $s^{-2}$  (Wilson, 1962) :

$$I(s) \propto \frac{1}{M} \frac{1}{|s|^2} \quad (\text{IV.71})$$

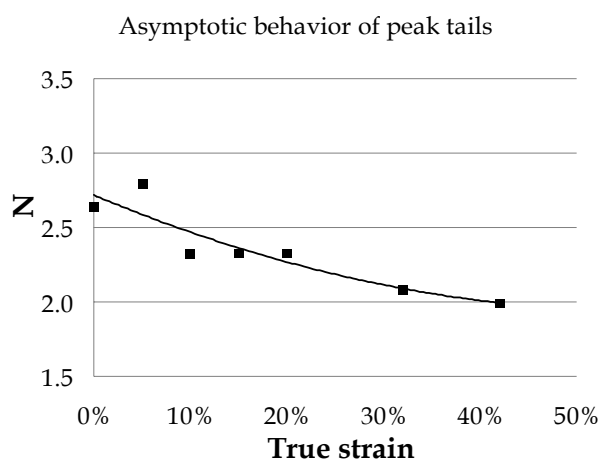


Fig. IV.88 : Détermination des comportements asymptotiques moyens calculés à partir des 11 premiers pics de diffraction. Les comportements asymptotiques sont mesurés à une distance du maximum d'intensité représentant 3 fois la largeur à mi-hauteur

Ce sont ces comportements asymptotiques qui déterminent la forme des transformées de Fourier résultant des intensités diffractées. Le comportement asymptotique moyen est représenté sur la figure IV.88. Il est calculé à partir de la moyenne des comportements asymptotiques des 11 premières raies du spectre de diffraction. Sur chaque pic il est calculé à droite et à gauche du maximum d'intensité du pic à une distance de 3 fois la mi-hauteur. La tendance générale de l'évolution de ce comportement asymptotique est de passer de  $N=3$  à  $N=2$ . Dans les états peu ou pas déformés on retrouve le comportement correspondant à une distorsion des dislocations mais pour les grands niveaux de déformation  $N$  tend vers 2 et on retrouve le comportement asymptotique lié à une petite taille de domaine. Ce comportement a déjà été clairement observé lors de l'utilisation de la méthode des moments et il va être retrouvé sur les profils des transformées de Fourier.

#### IV.2.3.2 Profils des transformées de Fourier

La transformée de Fourier ( $A_L$ ) s'écrit comme le produit d'un terme de « taille » ( $A_L^S$ ), de « distorsion » ( $A_L^D$ ) ainsi que d'un terme d'origine instrumentale ( $A_L^I$ ) :  $A_L = A_L^S \cdot A_L^D \cdot A_L^I$

Par conséquent :  $\ln(A_L) = \ln(A_L^S) + \ln(A_L^D) + \ln(A_L^I) \approx \ln(A_L^S) + \ln(A_L^D)$

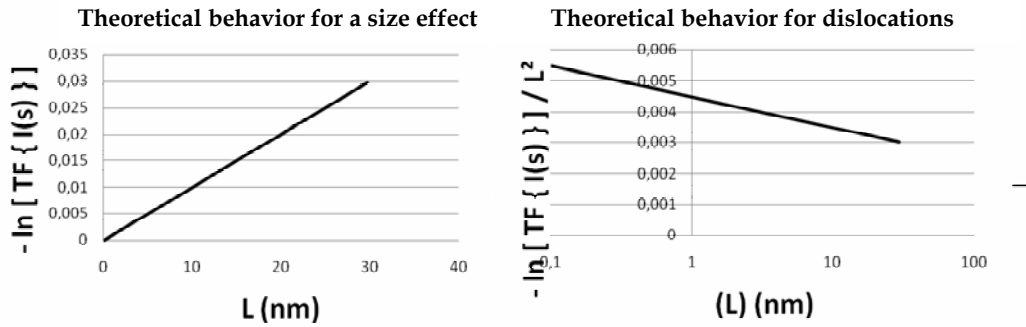


Fig. IV.89 : Profils typiques des transformées de Fourier de l'intensité diffractée dans le cas d'un effet de taille (a) et d'un effet de distorsion du réseau avec  $R_e \ll L$ . (b)

Le terme de taille s'exprime sous la forme suivante pour  $L \ll M$  :

$$A_L^S = \frac{1}{M} \left\{ \int_{r=L}^{\infty} r p(r) dr - L \int_{r=L}^{\infty} p(r) dr \right\} \approx 1 - \frac{L}{M}$$

$$\text{soit pour } L \ll M : \ln(A_L^S) \approx \ln\left(1 - \frac{L}{M}\right) \approx -\frac{L}{M}$$

Sachant que l'on a :  $A_L^D = \exp\left\{-\frac{\pi}{2} g^2 b^2 \bar{C} \rho L^2 f\left(\frac{L}{R_e}\right)\right\}$ , si  $L \ll R_e$  alors :

$$A_L^D \approx \exp\left\{-\frac{\pi}{2} g^2 b^2 \bar{C} \rho L^2 \ln\left(\frac{L}{R_e}\right)\right\} \text{ soit : } \frac{\ln(A_L^D)}{L^2} \approx -\frac{\pi}{2} g^2 b^2 \bar{C} \rho \ln\left(\frac{L}{R_e}\right)$$

Ces deux comportements sont représentés sur les figures IV.89a pour les effets de taille et la figure IV.89b, pour les effets de distorsion (avec  $R_e \ll L$ ). Sur l'échantillon de la nuance CC3 déformé à rupture, on observe un très net comportement linéaire de  $\ln(A_L)$  avec  $L$  (figure IV.90a). Par contre le calcul de  $\ln(A_L) / L^2$  en fonction de  $\ln(L)$  ne permet pas de dégager un comportement linéaire qui serait caractéristique d'effets de distorsion (figure IV.90b). Ces deux observations sont en accord avec les comportements asymptotiques observés sur ce niveau de déformation et l'analyse des moments (paragraphe IV.1.5).

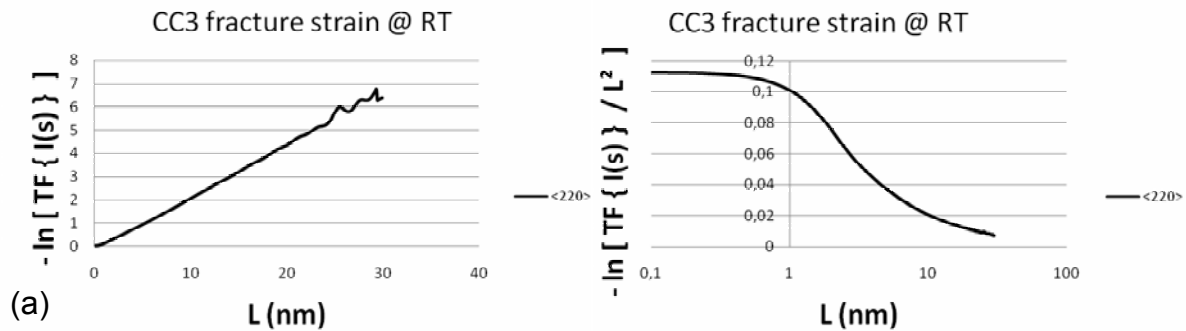


Fig. IV.90 : Profils expérimentaux des transformées de Fourier des pics (220) de l'échantillon de la nuance CC3 déformé à rupture. Représentation de  $\ln(A_L)$  en fonction de  $L$  pour caractériser les effets de taille (a) et de  $\ln(A_L)/L^2$  en fonction de  $\ln(L)$  pour caractériser les effets de distorsions (b)

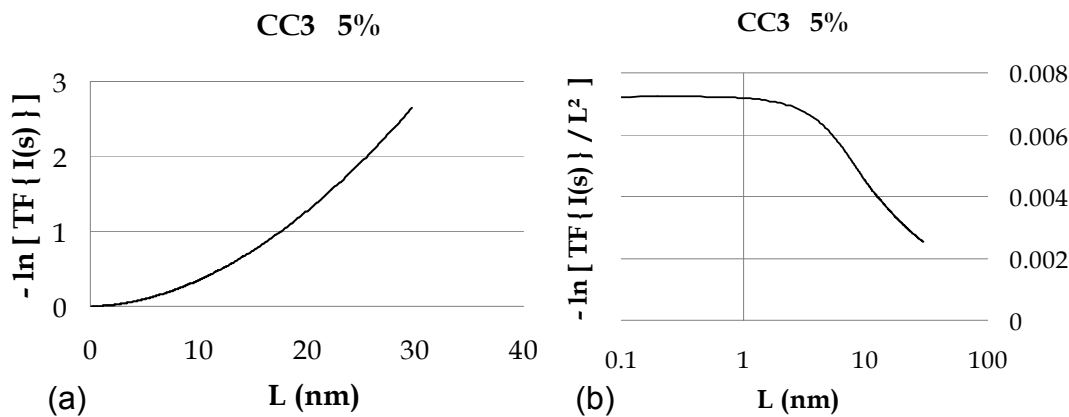


Fig. IV.91 : Profils expérimentaux des transformées de Fourier des pics (220) de l'échantillon de la nuance CC3 déformé à 5%. Représentation de  $\ln(A_L)$  en fonction de  $L$  pour caractériser les effets de taille (a) et de  $\ln(A_L)/L^2$  en fonction de  $\ln(L)$  pour caractériser les effets de distorsions (b)

L'observation purement qualitative de l'évolution de  $\ln(A_L)$  avec  $L$  sur l'échantillon déformé à 5% indique qu'il n'y a pas d'effet de taille notable (figure IV.91a). Par contre lorsque l'on observe le paramètre  $\ln(A_L)/L^2$  en fonction de  $\ln(L)$  on constate que le comportement est à peu près linéaire à grands  $L$ .

On retrouve avec ces analyses qualitatives des transformées de Fourier les observations qui ont été faites sur les moments et les comportements asymptotiques des pics de diffraction. A savoir que les faibles niveaux de déformation sont dominés par les effets de distorsion du réseau provoqués par une répartition relativement aléatoire des dislocations alors que, au contraire, les grandes déformations induisent

des profils de diffraction caractéristiques d'effets de taille. Pourtant les premières observations sur les élargissements et l'analyse par la méthode de Williamson-Hall ont clairement montré que les effets de distorsion prédominaient et ce même pour les plus hauts niveaux de déformation. Pour identifier clairement l'origine du comportement asymptotique qui modifie les profils des transformées de Fourier on va modifier notre procédure et lui ajouter un terme supplémentaire dans l'analyse des transformées de Fourier.

### IV.3 Développement d'une méthode d'analyse des transformées de Fourier de l'intensité diffractée pour les matériaux à faible EFE

Les observations sur les comportements asymptotiques, les moments des profils de diffraction et les profils de transformées de Fourier nous ont conduit à identifier un terme qui a un comportement asymptotique du type  $I(s) \propto \frac{1}{Z|s|^2}$  et une dépendance avec la transformée de Fourier de la forme  $A_L^B \approx \exp(-ZL)$ , c'est-à-dire proche de l'expression de la transformée de Fourier d'une fonction lorentzienne. La dépendance de Z en fonction de la position S de la raie, du facteur de contraste  $\langle W_{hkl} \rangle$  et du facteur de contraste C des dislocations devra être déterminée.

#### IV.3.1 Calcul du paramètre de taille optimisé sur les transformés de Fourier

Les résultats du programme MWP-fit montrent un bien meilleur accord entre les profils expérimentaux que les résultats de notre programme (figure IV.87 et figure IV.84 respectivement). La principale différence entre notre programme et le programme MWP-fit est que celui-ci optimise le terme de taille avec une fonction  $A_L^S$ . Or, jusqu'à présent nous avons estimé le terme de taille à partir de la pente à l'origine du profil de la transformée de Fourier. Nous allons donc modifier temporairement l'estimation du terme de taille  $A_L^S$  dans notre programme. Nous allons prendre  $A_L^S = \exp(-\frac{1}{M}L)$  et optimiser M en même temps que les paramètres  $\rho$ ,  $R_e$  de  $A_L^D$  avec, comme

précédemment : 
$$A_L^D = \exp\left\{-\frac{\pi}{2}g^2b^2\bar{C}\rho L^2 f\left(\frac{L}{R_e}\right)\right\}.$$

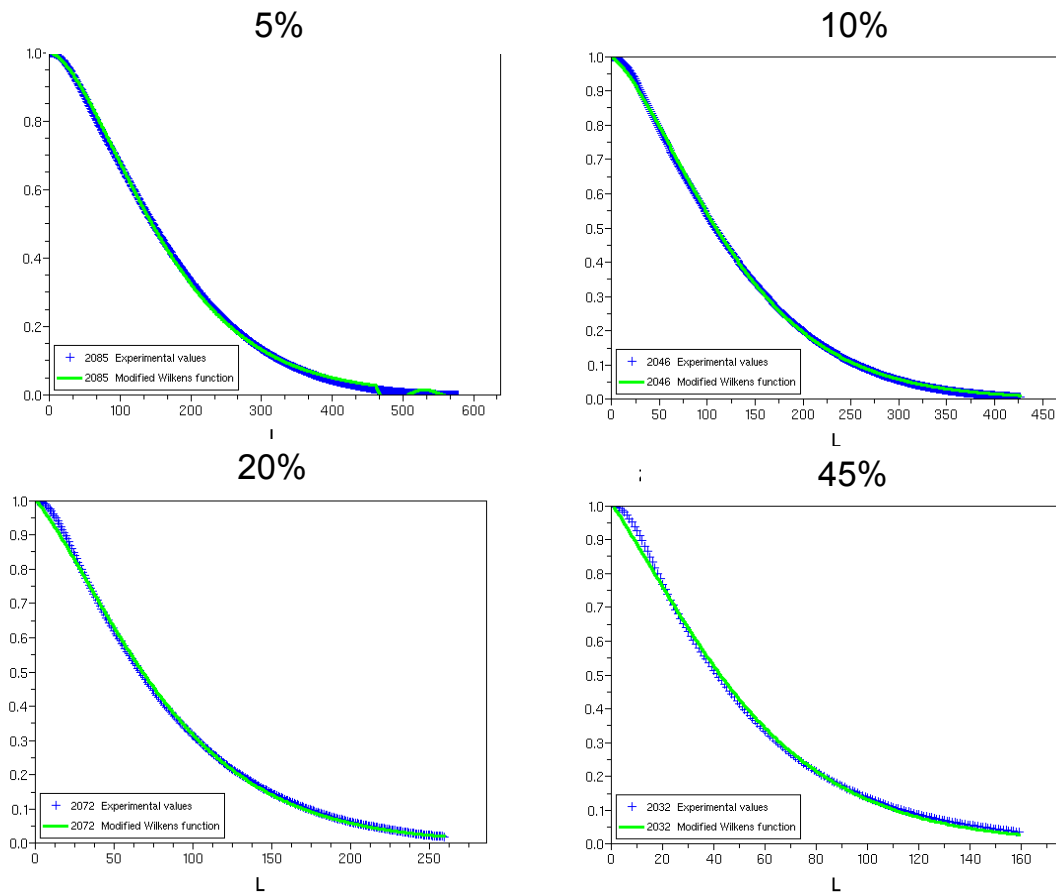


Fig. IV.92 : Détermination de la taille effective de domaine cohérent M optimisé et de la densité de dislocations par l'analyse des transformées de Fourier des pics (220)

Si l'on compare les résultats de la figure IV.92, obtenus avec optimisation du paramètre de taille M avec une expression analytique de la fonction  $A_L^S$  extrêmement simple  $\left( A_L^S = \exp\left(-\frac{1}{M} L\right) \right)$ , avec ceux obtenus simplement par la méthode de la tangente à l'origine des valeurs expérimentales de  $A_L^S$  (figure IV.84), on constate globalement un bien meilleur accord entre les transformées de Fourier expérimentales et celles calculées par le programme Scilab dans le cas où M est optimisé.

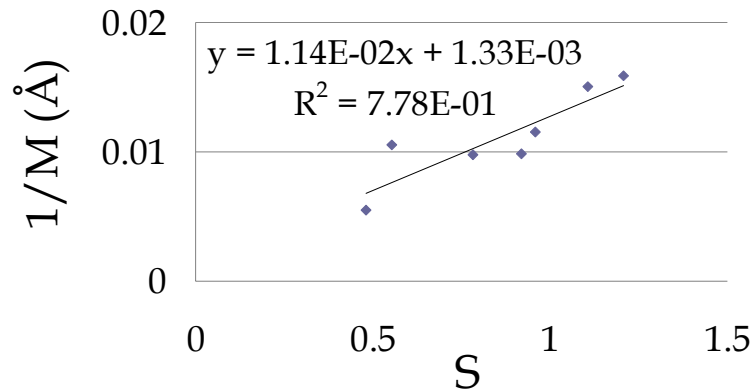


Fig. IV.93 : Valeurs de  $1/M$  de l'expression  $A_L^S$ , calculées à partir des profils des transformées de Fourier des pics de diffraction pour l'échantillon de la nuance CC3 déformé à rupture (45% de déformation vraie)

Cependant si l'on observe l'évolution de  $1/M$  avec  $S$  (figure IV.93), on observe que ce paramètre augmente globalement avec le vecteur de diffraction. Ces valeurs de  $M$  ne sont pas compatibles avec les valeurs des facteurs de contraste des dislocations  $\langle W_{hkl} \rangle$ . Cela signifie que la mesure de  $M$ , par cette méthode, ne recouvre pas seulement l'effet des fautes d'empilement et des joints de macles mais aussi un autre phénomène. Afin de déterminer quel phénomène physique est à l'origine nous allons introduire un terme supplémentaire  $A_L^B$  dans l'expression de la transformée de Fourier.

### IV.3.2 Modification de la procédure

Dans notre première analyse des transformées de Fourier nous avons reconstruit le profil de la transformée de Fourier avec  $A_L = A_L^S \cdot A_L^D \cdot A_L^I$ ,  $A_L^S$  sont les effets de taille,  $A_L^D$  sont les effets de distorsions et  $A_L^I$  est le terme d'origine instrumentale.

Nous allons maintenant décrire  $A_L$  de la façon suivante :  $A_L = A_L^S \cdot A_L^D \cdot A_L^B \cdot A_L^I$ . Les paramètres  $A_L^S$ , et  $A_L^I$  resteront inchangés et  $A_L^D$  gardera le même type d'expression.

$A_L^S$ , les coefficients liés au paramètre de taille  $M$ , ont été évalués par la méthode de la tangente avec  $A_L^S \approx \exp(-\frac{1}{M}L)$ . Cela signifie que si l'on fait le choix de garder la même procédure d'évaluation le produit  $A_L^D \cdot A_L^B$  aura une dérivée à l'origine



nulle. Par conséquent la forme analytique de  $A_L^B$  devra présenter une dérivée à l'origine nulle et un comportement à grands L de la forme  $\exp(-Z.L)$ . Pour répondre à ces deux contraintes nous avons donné la forme analytique suivante à  $A_L^B$  :

$$A_L^B = \exp\left(-Z.L.\left\{1 - \frac{L}{R_2} \exp\left(-\frac{L}{R_2}\right)\right\}^N\right) \quad (\text{IV.72})$$

Pour  $N=0$  on retrouve l'expression de la transformée de Fourier d'une lorentzienne, mais lorsque  $N$  augmente la dérivée à l'origine passe progressivement de la valeur  $1/Z$  à zéro. Les valeurs de  $R_2$  doivent rester faibles si bien que pour  $L \gg R_2$  on retrouve le comportement en  $\exp(-Z.L)$  (figure IV.94).

Le choix de l'expression analytique de  $A_L^B$  est arbitraire, une expression basée sur un modèle physique est nécessaire pour quantifier correctement les grandeurs physiques caractéristiques de la microstructure. Cette méthode ne doit être envisagée que comme une première approche d'un phénomène physique que l'on cherche à identifier.

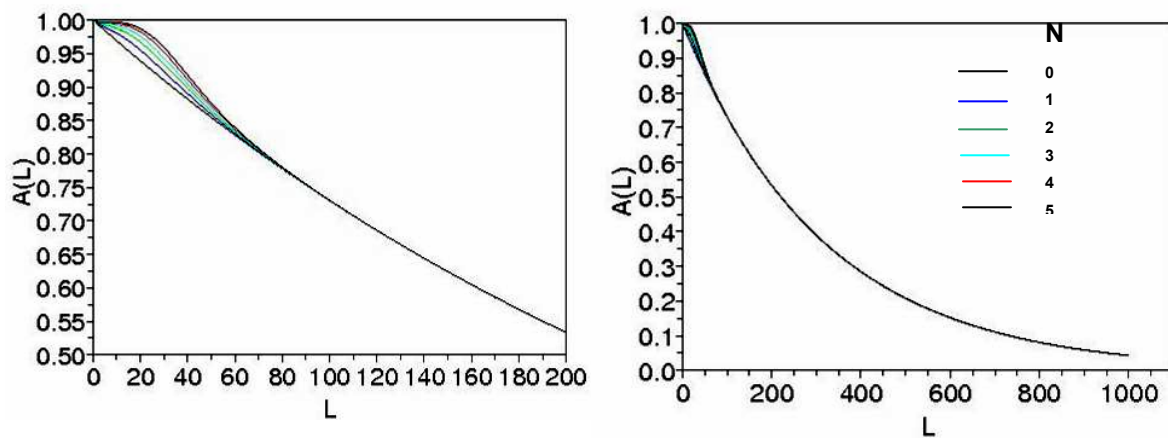


Fig. IV.94 : Profils analytiques de  $A_L^B$  pour  $Z=0.003$ ,  $R_2 = 10$  et  $N$  variant de 0 à 5 pour les petites valeurs de  $L$  (a) et pour les grandes valeurs de  $L$  (b)

En résumé la procédure, appliquée séparément sur chaque pic de diffraction devient la suivante :

- 1) mesures de  $A_L^I$  sur une poudre de  $\text{LaB}_6$  et correction des

$$\text{coefficients de Fourier avec : } \frac{A_L}{A_L^I} = A_{Lc} = A_L^S \cdot A_L^D \cdot A_L^B$$

- 2) évaluation de la taille de domaine cohérent,  $M$ , par la méthode de la tangente sur  $A_{Lc}$ . Les coefficients liés aux effets de taille  $A_L^S$  sont calculés avec  $A_L^S = \exp(-\frac{1}{M}L)$  (on doit avoir  $M \gg L$  ce qui est toujours vérifié dans notre étude)
- 3) évaluation de  $A_L^D$  et  $A_L^B$  par une méthode des moindres carrés avec un algorithme de quasi-Newton. Les expressions analytiques de  $A_L^D$  et  $A_L^B$  sont respectivement :

$$A_L^D = \exp\left\{-\frac{\pi}{2} S^2 b^2 \bar{C} \rho L^2 f(\eta)\right\} \text{ et } A_L^B = \exp\left(-Z.L.\left\{-\frac{L}{R_2} \exp\left(\frac{L}{R_2}\right) + 1\right\}^N\right)$$

$S$  est le vecteur de diffraction,  $S = 2 \sin(\theta) / \lambda$ ,  $\rho$  la densité de dislocations,  $\bar{C}$  le facteur de contraste moyen des dislocations et  $\vec{b}$  est le vecteur de Burgers des dislocations.

$$\eta \approx 0.3894 \frac{L}{R_e}, \quad R_e \text{ est le rayon de coupure externe des dislocations.}$$

### IV.3.3 Interprétations des valeurs de $Z$ mesurées sur la nuance CC3 déformé en traction uniaxiale à température ambiante

La nouvelle analyse a été effectuée sur les mêmes données des échantillons de la nuance CC3. La première analyse avait conduit à l'observation de la dégradation progressive de la corrélation entre le modèle analytique et les données expérimentales du fait de l'émergence d'un profil particulier des pics de diffraction.

La première conséquence de la nouvelle méthode et l'ajout du terme  $A_L^B$  est l'excellente corrélation tout au long de la déformation entre les données expérimentales et le modèle analytique. Sur la figure IV.95 on peine à distinguer les données expérimentales, les transformées de Fourier des pics (220), des profils analytiques calculés à partir de ceux-ci.

Compte tenu du nombre de niveaux de déformation analysés et du nombre de pics de diffraction mesurés pour chacun de ces niveaux, on doit pouvoir dégager une dépendance du paramètre Z calculé indépendamment sur chaque pic de diffraction.

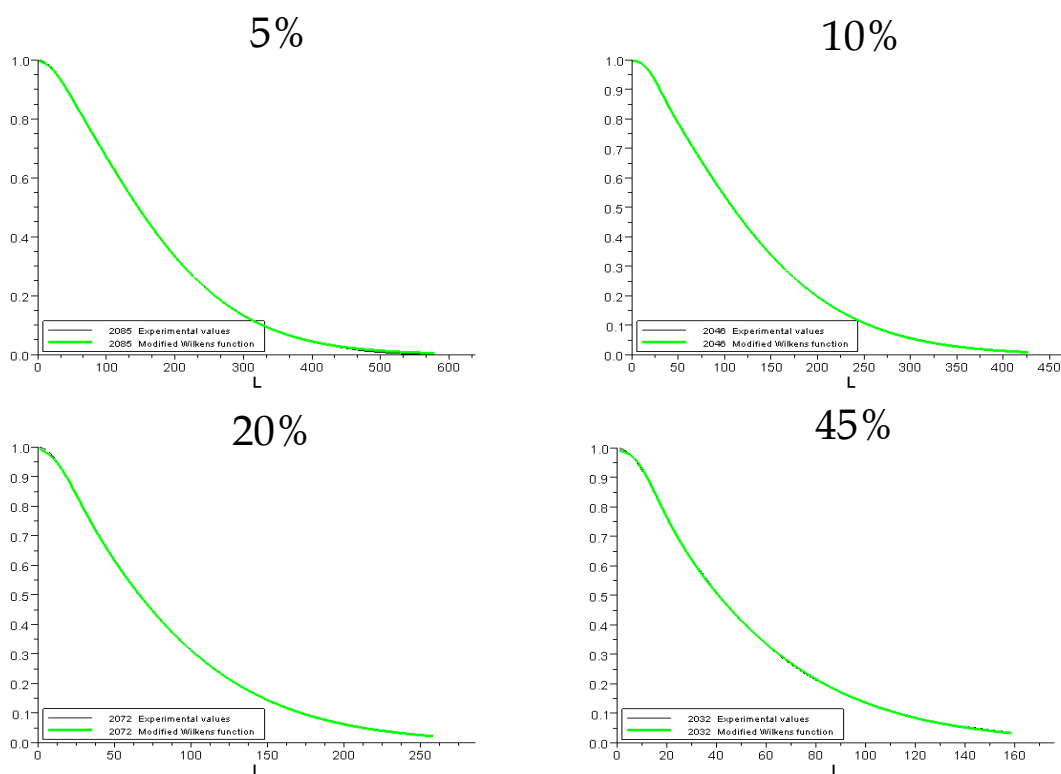


Fig. IV.95 : Détermination de la taille de domaine cohérent effective M et de la densité de dislocations par l'analyse des transformées de Fourier des pics (220) avec le terme supplémentaire  $A_L^B$

### IV.3.3.1 Interprétations du paramètre Z selon l'hypothèse du back-stress

Avant de présenter les dépendances de Z avec  $S$ ,  $S\sqrt{C_{hkl}}$  et  $W_{hkl}$  il convient de préciser que le durcissement dans les des aciers TWIP fait encore l'objet de discussions. On considère cependant que le durcissement observé est la combinaison à la fois d'une réduction du libre parcours moyen des dislocations par le biais d'un mécanisme de Hall-Petch dynamique (Allain, Chateau & Bouaziz, 2004) et par l'effet de la forêt de dislocations. Le durcissement semble aussi lié à un très important effet de back-stress (de type effet Bauschinger).

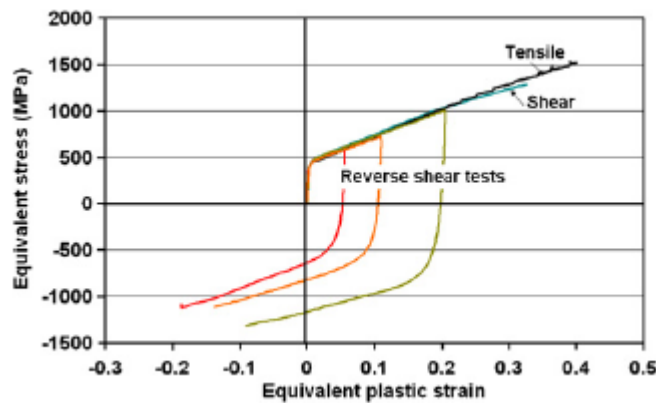


Fig. IV.96 : Phénomène de back-stress pour une nuance Fe22Mn0.6C (Bouaziz *et al.*, 2008). Le back-stress se caractérise par des contraintes d'écoulement en compression plus faibles que celles de la prédéformation en tension

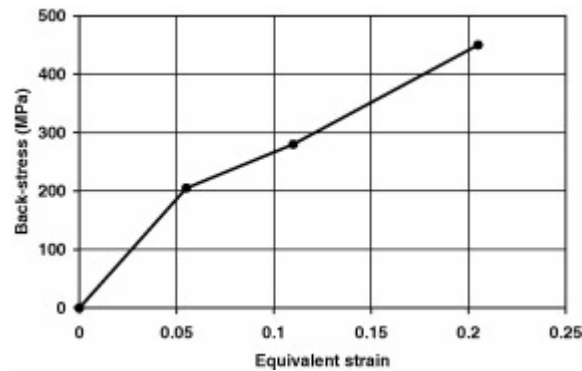


Fig. IV.97 : Evolution du paramètre de back-stress d'un acier TWIP Fe22.6Mn0.6C mesuré en traction/compression en fonction de la déformation vraie (Bouaziz *et al.*, 2008)

Ce phénomène est intimement lié à l'organisation particulière des dislocations. La difficulté du glissement dévié rend l'activation de sources de dislocations difficile (Fujita & Kimura, 1982). La déformation est alors hétérogène et on observe la formation de bandes de Lüders. L'impossibilité du glissement dévié et la multiplication des joints de macles permet à de nombreux empilements de dislocations de se former au cours de la déformation. Ceux-ci créent d'importantes concentrations de contraintes aux joints de grains ou de macles et sont à l'origine du phénomène de back-stress mesuré dans ces matériaux (figures IV.96 et IV.97).

Du point de vue de la diffraction on doit pouvoir interpréter le terme  $A_L^B$  comme un terme de distorsion lié aux déplacements du réseau induit par les empilements de dislocations. On a vu que dans le cas des dislocations le champ de déplacement évolue en  $1/r$ ,  $u(r)_{dislo} \propto \frac{1}{r}$ . Ce champ de déplacement implique une évolution de la

transformée de Fourier en  $\exp(-aL^2)$ . D'après Groma (Groma, 1998) la transformée de Fourier calculée à partir de l'intensité diffractée d'un cristal s'écrit :

$$A(L) = \frac{1}{V} \int d^3r \exp\{2\pi i \vec{S} [\vec{u}(r + L/2) - \vec{u}(r - L/2)]\} \quad (\text{IV.73})$$

V est le volume du cristal, L la variable de la transformée de Fourier et  $\vec{u}(r)$  est le champ de déplacement.

On a vu dans le paragraphe II.2.1.2.2.4 que les calculs à partir d'une distribution simple de dislocations (Krivoglaz & Ryaboshapka, 1963a, Wilkens, 1970) conduisent à une transformée de Fourier  $A(L)$  de la forme :  $\exp(-aL^2)$  (pour de petites valeurs de L).

Le champ de déplacement induit par un empilement de dislocations est différent de celui d'un arrangement aléatoire de dislocations. Dans un empilement de dislocations celles-ci sont à l'équilibre et la distance entre deux dislocations de l'empilement est proportionnelle à la distance entre la dislocation et le joint (figure IV.98). La contrainte résolue induite par un tel empilement de dislocations dans le grain

voisin vaut :  $\tau(r) \approx \tau_{emp} \sqrt{\frac{d_s}{r}}$ , r est la distance à laquelle on mesure le cisaillement.

Comme  $\tau_{emp} = \frac{2nb\mu}{d_s}$  on trouve que la contrainte résolue à la distance r de l'empilement est (Hall, 1951) (Petch, 1953, Chou, 1967) :

$$\tau(r) \approx 2nb\mu \sqrt{\frac{1}{d_s \cdot r}} \quad (\text{IV.74})$$

n est le nombre de dislocations dans l'empilement, b le vecteur de Burgers des dislocations,  $\mu$  est le module de cisaillement et  $d_s$  est la distance entre la source S de dislocations et le joint de grain.

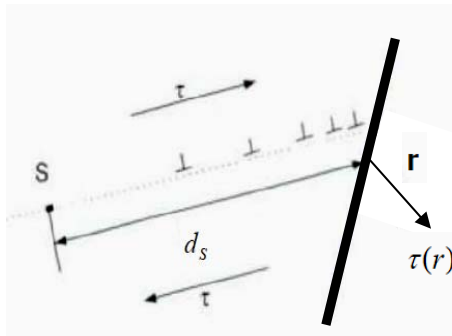


Fig. IV.98 : Empilement de dislocations sur un joint de grain (ou de macle) (Lemaignan, 2003)

Le champ de déplacement évolue en  $\sqrt{\frac{1}{r}}$ , par comparaison, les dislocations ont un champ de déplacement en  $\frac{1}{r}$ . Le champ de déplacement, pour les dislocations, implique une évolution de la transformée de Fourier en  $\exp(-aL^2)$ , par analogie les empilements devraient induire une transformée de Fourier en  $\exp(-ZL)$ .

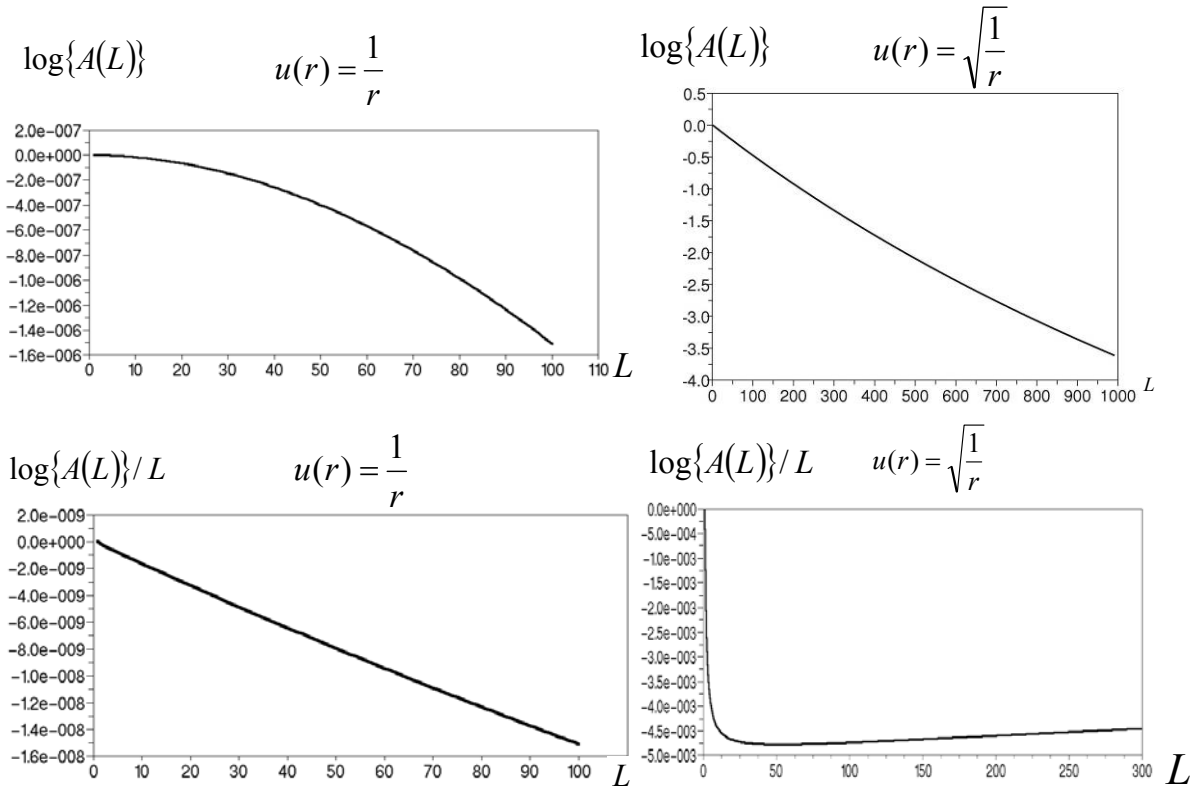


Fig. IV.99 : Comportements des logarithmes des transformées de Fourier  $A(L)$  calculés à partir de différents champs de déplacements en  $\sqrt{\frac{1}{r}}$  et  $\frac{1}{r}$  représentés  $\log\{A(L)\}$  et  $\log\{A(L)\}/L$

Les transformées de Fourier peuvent être calculées en fonction du champ de déplacement  $u(r)$  à l'aide de l'équation IV.73. Les champs de déplacements en  $\frac{1}{r}$  et  $\sqrt{\frac{1}{r}}$  permettent de retrouver les comportements en  $\exp(-aL^2)$  et  $\exp(-ZL)$  respectivement. Sur la figure IV.99 ont été représentés  $\log\{A(L)\}$  et

$\log\{A(L)\}/L$  pour  $A(L)$  correspondant à  $u(r) = \frac{1}{r}$  et  $u(r) = \sqrt{\frac{1}{r}}$ . On retrouve une relation linéaire entre  $\log\{A(L)\}/L$  et  $L$  pour  $u(r) = \frac{1}{r}$  et une relation presque linéaire entre  $\log\{A(L)\}$  et  $L$  pour  $u(r) = \sqrt{\frac{1}{r}}$ . Ces observations confirment que  $A_L^B$  est lié aux singularités de contraintes en tête des nombreux empilements dans les aciers TWIP provoquées par le glissement planaire des dislocations. Pour quantifier la densité d'empilements et le nombre moyens de dislocations par empilement il sera nécessaire de développer un modèle dans une démarche semblable à celle utilisée pour les dislocations.

Pour réaliser une mesure quantitative du back-stress par diffraction nous allons interpréter les déplacements du réseau comme une distribution de paramètres de maille autour de la valeur moyenne. Cette distribution de paramètres de maille sera reliée à une hétérogénéité de l'état de contrainte, avec des zones en compression et d'autres en tension.

Cette distribution engendre un élargissement  $\Delta\epsilon$  proportionnel à  $S$  dans le cas des matériaux isotropes (figure IV.100). Les mesures de back-stress à 20% indiquent une contrainte  $\Delta\sigma$  de 450MPa ; si on convertit cette contrainte en élargissement, on trouve un élargissement  $\Delta\epsilon$  de  $4 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$  pour le pic 220 (avec  $\Delta\epsilon = 2 \cdot S \cdot \Delta\sigma / E$ ).  $E$  est le module d'Young et vaut dans notre cas 162GPa et  $S$  le module du vecteur de diffraction. On multiplie par deux car le back-stress ne correspond qu'à la partie en compression des hétérogénéités de déformations élastiques. La largeur intégrale du pic (220) à 20% de déformation est expérimentalement de  $4.7 \cdot 10^{-3} \text{ \AA}^{-1}$ . Ce calcul montre que l'effet de back-stress doit jouer un rôle très important dans l'élargissement des raies de diffraction.

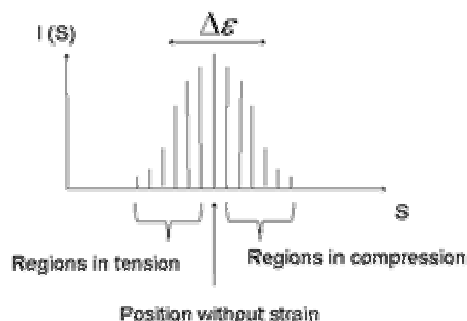


Fig. IV.100 : Schéma d'un effet du back-stress sur les élargissements des pics de diffraction

### IV.3.3.2 Dépendances expérimentales de Z avec S, $S\sqrt{C}$ et $W_{hkl}$

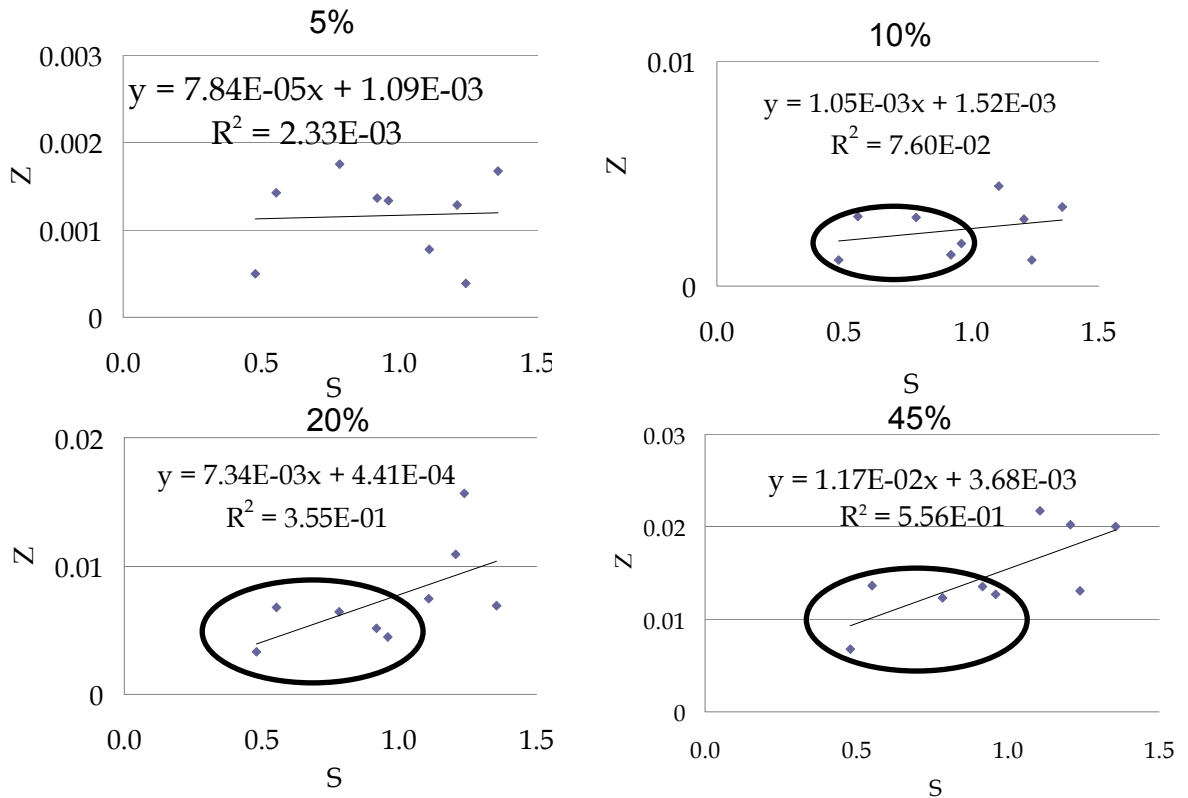


Fig. IV.101 : Corrélation entre de Z de  $A_L^B$  et le module du vecteur de diffraction S. Les cinq premiers pics de diffraction sont entourés pour les niveaux de déformation supérieure à 5%

Les valeurs de Z ont été déterminées pour tous les niveaux de déformation en traction uniaxiale et sur tous les pics de diffraction. Les résultats, pour 5%, 10%, 20% et 45% de déformation vraie, sont représentés sur la figure IV.101. On ne constate pas une linéarité de Z avec S. Ce résultat ne doit pas surprendre. L'étude par la méthode de Williamson-Hall modifiée sur les largeurs de raie de diffraction avait montré une forte dépendance des élargissements avec les facteurs de contraste correspondant à des distorsions provenant des dislocations et non une linéarité entre le module du vecteur de diffraction et les largeurs intégrales. Au vu de la figure IV.101 il apparaît clairement, pour les niveaux de déformation vraie supérieurs à 20%, que Z croît avec le vecteur de diffraction et qu'il n'est pas une fonction de  $W_{hkl}$ . Ce comportement doit-être relié à l'influence des hétérogénéités de déformation élastique (Mabelly *et al.*, 1996) (ou back-stress) très importante dans notre matériau (figures IV.96 et IV.97).

L'anisotropie élastique peut introduire, dans le cas des déformations élastiques, un facteur de contraste. On note des similitudes sur les 5 premiers pics de diffraction en particulier pour les niveaux de déformation supérieurs à 10%. Cependant aucun



facteur de contraste calculé à partir de combinaison de dislocations coin et vis ne permet de retrouver avec une bonne corrélation les valeurs de Z. Sur la figure IV.102 est donné le résultat avec une combinaison de part variable de dislocations parfaites coin et vis ainsi qu'une partie constante pour décrire Z ( $Z = cst + S\sqrt{aC_{hkl}|_{coin} + bC_{hkl}|_{vis}}$ ). L'accord entre Z expérimental et Z calculé avec cette équation est moins bon que l'accord entre les largeurs intégrales calculées et expérimentales de la méthode de Williamson-Hall (figure IV.67).

Les observations sur les comportements asymptotiques, les moments des profils de diffraction et les profils de transformées de Fourier nous ont conduit à identifier un terme qui a un comportement asymptotique du type  $I(s) \propto \frac{1}{Z|s|^2}$  et une dépendance avec la transformée de Fourier de la forme  $A_L^B \approx \exp(-Z.L)$ , c'est-à-dire proche de l'expression de la transformée de Fourier d'une fonction lorentzienne. La dépendance de Z en fonction de la position S de la raie montre clairement que Z dépend fortement de S. Cela indique qu'un phénomène autre que les fautes et la densité de dislocations intervient sur les profils de raie.

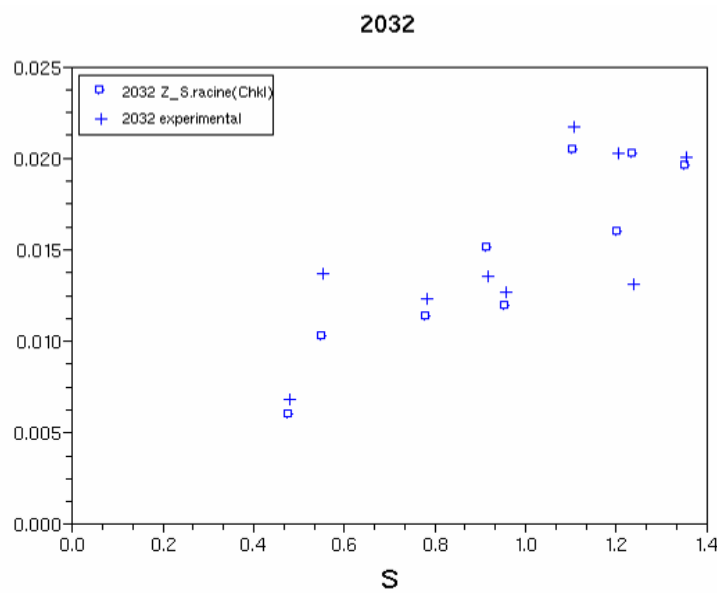


Fig. IV.102 : Corrélation entre Z (de  $A_L^B$ ) et Z optimisé pour  $Z = c + S\sqrt{aC_{hkl}|_{coin} + bC_{hkl}|_{vis}}$ . Les résultats sont tracés en fonction de S le module du vecteur de diffraction S pour l'échantillon à rupture (45% de déformation vraie)

### IV.3.3.3 Relation entre Z et les hétérogénéités de déformation élastique

Dans l'hypothèse d'un lien entre Z et le back-stress il n'y a pas de raison particulière pour que le contraste soit identique à celui de la distorsion provoquée par des dislocations. Pour définir plus rigoureusement l'effet de l'anisotropie sur les hétérogénéités de déformation élastique liées au back stress, on doit calculer les modules d'Young moyens suivant les axes [hkl]. Pour cela il faut revenir à l'expression du tenseur de la loi de Hooke généralisée reliant le tenseur des contraintes et celui des déformations. Dans le cas des CFC celui-ci n'a que trois variables indépendantes :

$$C_{11} \quad C_{12} \quad C_{44}$$

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{32} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{21} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{21} \end{pmatrix}$$

Ce tenseur est exprimé dans le repère orthonormé R1, repère principal du réseau CFC avec  $x_1=[100]$ ,  $y_1=[010]$  et  $z_1=[001]$ . Les constantes  $c_{11}$ ,  $c_{12}$  et  $c_{44}$  valent respectivement 207, 135 et 130 GPa (annexe B). En inversant la matrice on trouve la relation :

$$\begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{21} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} S_{11} & S_{12} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{11} & S_{12} & 0 & 0 & 0 \\ S_{12} & S_{12} & S_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & S_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{32} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{21} \end{pmatrix}$$

avec

$$S_{11} = \frac{C_{11} + C_{12}}{C_{11} \cdot C_{11} + C_{11} C_{12} - 2 \cdot C_{12} \cdot C_{12}} = 9.96 \cdot 10^{-3} \text{ GPa}^{-1}$$

$$S_{12} = \frac{-C_{12}}{C_{11} \cdot C_{11} + C_{11} C_{12} - 2 \cdot C_{12} \cdot C_{12}} = -3.93 \cdot 10^{-3} \text{ GPa}^{-1}$$

$$\text{et } S_{44} = \frac{1}{C_{44}} = 7.7 \cdot 10^{-3} \text{ GPa}^{-1}$$

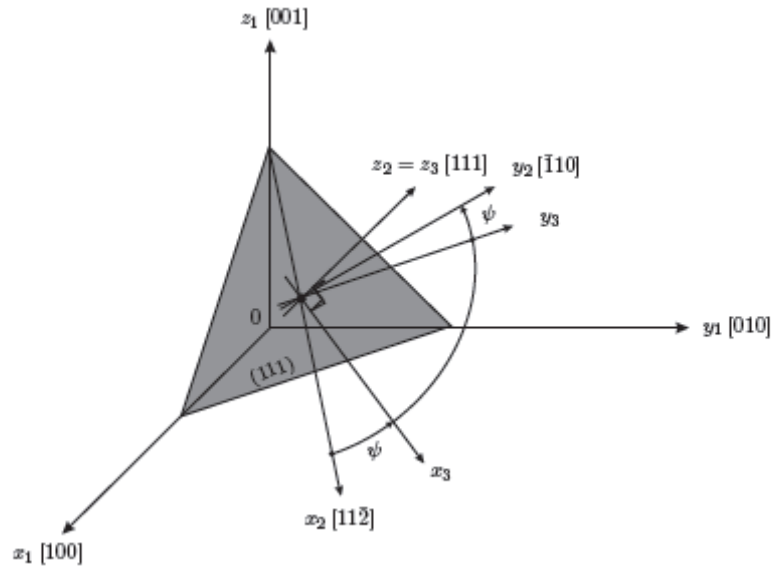


Fig. IV.103 : Changement de repère de  $R_1$  vers  $R_3$  (Poilâne, 1998)

On peut calculer la matrice  $R_1$  dans un repère orthonormé quelconque  $R_p$  avec :  $R_p = [A_p] \cdot R_1$ .  $[A_p]$  est la matrice de changement de base dont les éléments sont les cosinus directeur  $a_{ij}$ .

On peut déterminer le module d'Young  $E_{uvw}$  pour une orientation quelconque  $[uvw]$  à partir des coefficients  $a_{ij}$ . On a :  $E_{uvw} = 1/S'_{11}$

$$\text{avec } S'_{11} = S_{11} - 2(S_{11} - S_{12} - S_{44}/2) \cdot (a_{11}^2 \cdot a_{12}^2 + a_{12}^2 \cdot a_{13}^2 + a_{11}^2 \cdot a_{13}^2)$$

Pour déterminer le  $\langle E_{uvw} \rangle$ , on doit représenter les plans  $\{uvw\}$  dans le repère  $R_1$ . Le cas des familles de plans est représenté figure IV.103. On définit le repère  $R_2$  lié au plan (111) tel que :

- $z_2$  soit d'orientation  $[111]$  ;
- $x_2 \in (111)$  soit d'orientation  $[11\bar{2}]$  ;
- $y_2 \in (111)$  soit d'orientation  $[\bar{1}10]$ .

On définit le repère  $R_3$  lié à  $R_2$  par une rotation d'angle  $\psi$  telle que :

- $z_3 = z_2$  ;
- $\psi = (\hat{x}_2, \hat{x}_3) = (\hat{y}_2, \hat{y}_3)$

R3 est lié à R1 par la matrice de changement de repère  $[A_{31}]$  :

$$[A_{31}] = \begin{bmatrix} \frac{\cos \psi - \sqrt{3} \sin \psi}{\sqrt{6}} & \frac{\cos \psi + \sqrt{3} \sin \psi}{\sqrt{6}} & -\frac{2 \cos \psi}{\sqrt{6}} \\ -\frac{\sin \psi - \sqrt{3} \cos \psi}{\sqrt{6}} & -\frac{\sin \psi + \sqrt{3} \cos \psi}{\sqrt{6}} & \frac{2 \sin \psi}{\sqrt{6}} \\ \frac{1}{\sqrt{3}} & \frac{1}{\sqrt{3}} & \frac{1}{\sqrt{3}} \end{bmatrix}$$

Dans le cas des plans  $\{111\}$ , le paramètre  $E_{111}$  est indépendant de  $\psi$  et on a :

$$a_{11}^2 \cdot a_{11}^2 + a_{12}^2 \cdot a_{13}^2 + a_{11}^2 \cdot a_{13}^2 = 1/4 \text{ soit } \langle E_{111} \rangle = 202 \text{ GPa}$$

De la même façon on trouve pour les familles de plans  $\{100\}$  on aboutit à :

$$a_{11}^2 \cdot a_{11}^2 + a_{12}^2 \cdot a_{13}^2 + a_{11}^2 \cdot a_{13}^2 = \sin^2 2\psi \text{ soit } \langle E_{100} \rangle = 134 \text{ GPa}$$

Et pour les familles de plan  $\{110\}$  :

$$a_{11}^2 \cdot a_{11}^2 + a_{12}^2 \cdot a_{13}^2 + a_{11}^2 \cdot a_{13}^2 = \frac{\cos^4 \psi}{4} + (\cos \psi \sin \psi)^2 \text{ soit } \langle E_{110} \rangle = 180 \text{ GPa}$$

Pour les trois axes principaux de la symétrie CFC on trouve donc :

$$\langle E_{111} \rangle = 202 \text{ GPa}, \langle E_{100} \rangle = 134 \text{ GPa} \text{ et } \langle E_{110} \rangle = 180 \text{ GPa}$$

Pour vérifier  $Z$  que est relié au back-stress et donc aux hétérogénéités de déformations, on doit retrouver une relation linéaire entre  $Z$ ,  $S$  et  $\langle E_{hkl} \rangle$ .  $\langle E_{hkl} \rangle$  est le module d'Young moyen pour un axe  $[hkl]$  et  $S$  le module du vecteur de diffraction à la position du maximum du pic de diffraction. En se basant sur l'analogie entre la fonction  $A_L^B$  et une fonction lorentzienne on peut relier le paramètre  $Z$  à une largeur intégrale

de raie de Bragg et donc à  $\Delta\varepsilon$ , on a :  $Z = \frac{\pi}{2} \Delta\varepsilon$

On relie le back-stress  $\Delta\sigma$  à  $\Delta\varepsilon / 2$  et finalement on a :

$$Z = \frac{S\pi\Delta\sigma}{\langle E_{hkl} \rangle} \tag{IV.75}$$

### IV.3.3.4 Comparaison entre Z et le back-stress

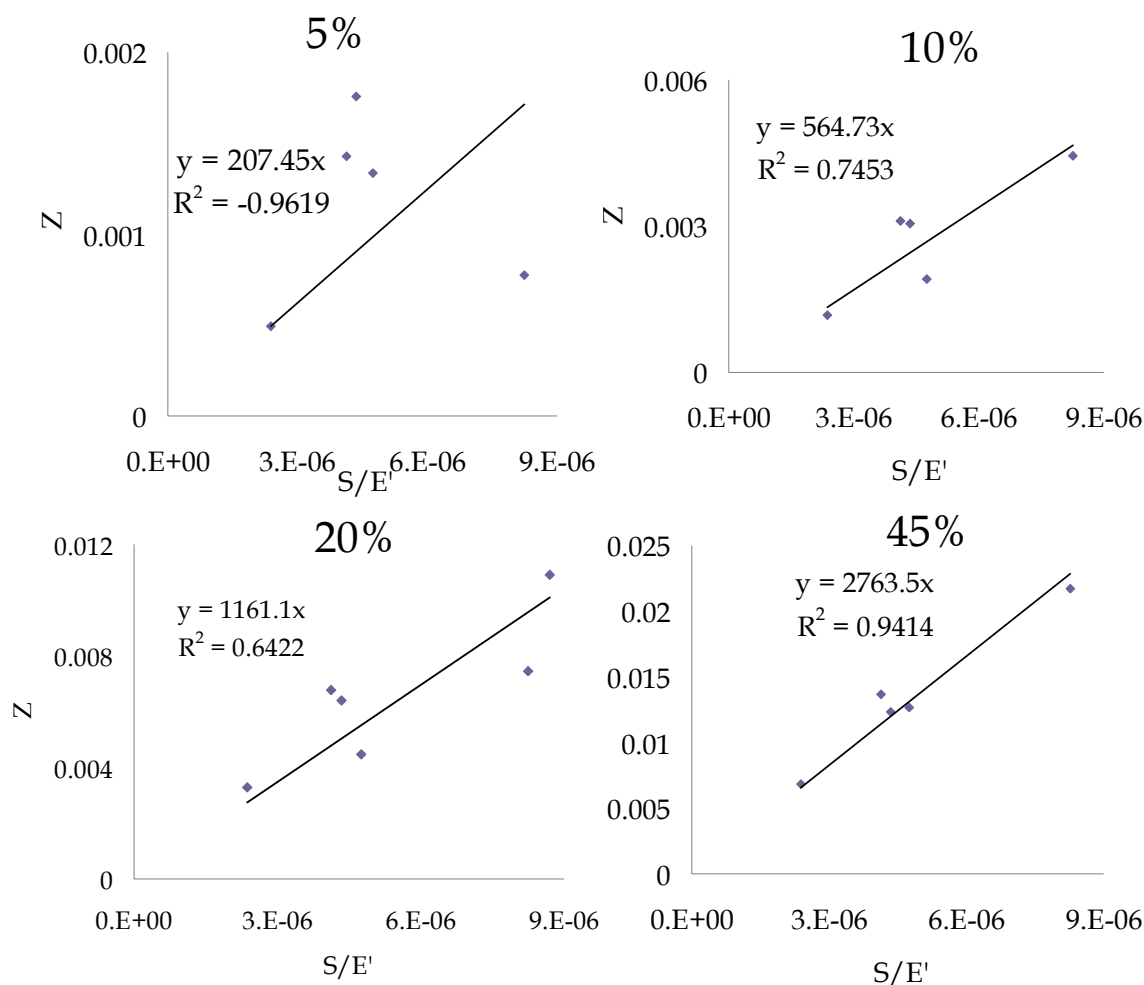


Fig. IV.104 : Corrélation entre Z et  $S/E'$  où  $E' = \langle E_{hkl} \rangle$ . Les calculs ont été réalisés sur les raies (111), (200), (220), (222) et (400)

Sur la figure IV.104 on a représenté la corrélation entre Z et  $S/\langle E_{hkl} \rangle$ . On constate qu'elle est excellente pour l'échantillon déformé à rupture mais qu'elle est beaucoup moins bonne sur les autres niveaux de déformation.

Sur la figure IV.105 on a représenté le back-stress mesuré sur un acier FeMnC ayant la même composition que l'acier de la nuance CC3 comparé au back-stress mesuré par diffraction. Les résultats sont en relativement bon accord.

Le contraste réel ne correspond sans doute pas aux modules de Young moyen  $\langle E_{hkl} \rangle$  mais est lié à l'anisotropie des champs de déformation produits par les empilements de dislocations. Néanmoins comme on mesure Z sur les familles de plans

{111} {100} et {110} on peut considérer que la valeur moyenne du back-stress calculée à partir de Z est suffisamment proche du back-stress expérimental.

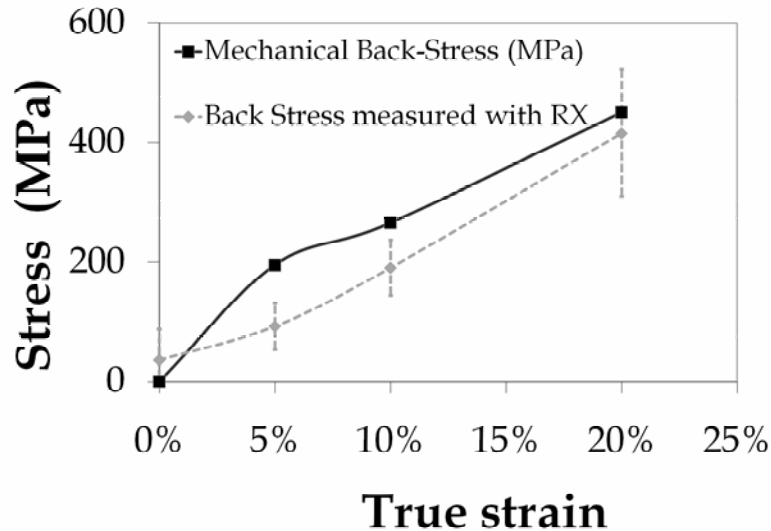


Fig. IV.105 : Comparaison entre le back-stress mesuré expérimentalement (Bouaziz *et al.*, 2008) et les contraintes induites par les hétérogénéités de déformation élastique calculé à partir des raies (111), (200), (220), (222) et (400) avec  $\Delta\sigma = \frac{Z \langle E_{hkl} \rangle}{\pi S}$ . L'incertitude est estimée directement à partir de l'écart-type des valeurs sur les six pics de diffraction

#### IV.3.3.5 Evolution des densités de dislocations moyennes sur la nuance CC3 avec la déformation calculées par la méthode de Wilkens et le terme d'élasticité résiduelle

Les densités de dislocations calculées après ajout du terme estimant l'élasticité résiduelle (ou autrement dit le back stress)  $A_L^B$  (figure IV.95 et tableau IV.11), sont inférieures à celles calculées sans le terme  $A_L^B$  et ce en particulier pour les grands niveaux de déformation. Il s'agit des valeurs définitives des densités de dislocations d'après notre démarche.

A rupture on a désormais  $0.5 \cdot 10^{16} \text{m}^{-2}$  contre  $1.4 \cdot 10^{16} \text{m}^{-2}$  sans le terme  $A_L^B$ . Le durcissement induit à rupture par la densité de dislocations déterminée, estimé par le modèle de durcissement classique  $\sigma = \alpha F_i \mu b \sqrt{\rho}$ , est de 0.95GPa contre un durcissement expérimental de 1.1GPa. La différence doit provenir de l'effet Hall-Petch dynamique et/ou de l'effet Bauschinger (ou de back-stress). Les mesures à 20% de déformation indiquent une densité de dislocations de  $0.26 \cdot 10^{16} \text{m}^{-2}$  soit un durcissement par le modèle du durcissement de Taylor de 650MPa, le back-stress mesuré sur l'essai

de torsion réversible est de 420MPa et celui mesuré par rayons X est de 415MPa. Pourtant le durcissement expérimental correspondant est de 550MPa. On ne peut donc pas simplement additionner les contributions des dislocations avec celle du back-stress sans considérer que les densités de dislocations déterminées sont trop élevées

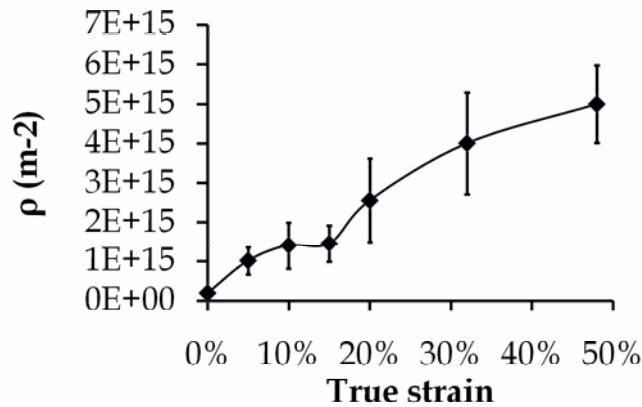


Fig. IV.106 : Evolution de la densité de dislocations calculée avec la déformation pour la nuance CC3 après prise en compte de l'effet des contraintes en tête des empilements de dislocations. L'incertitude est estimée directement à partir de l'écart-type des valeurs sur les onze pics de diffraction

ε	<ρ>
0%	1.9E+14
5%	1.0E+15
10%	1.4E+15
15%	1.5E+15
20%	2.6E+15
32%	4.0E+15
45%	5.0E+15

Tab. IV.11 : Densités de dislocations déterminées par diffraction en fonction de la déformation vraie après prise en compte de l'effet des contraintes en tête des empilements de dislocations

Avant de conclure on rappelle que les probabilités de fautes d'empilement sont déterminées à partir des déplacements des centres de gravités (figure IV.107) selon la relation :

$$\frac{\delta(S)}{S} \Big|_{hkl} - \frac{1}{2} \frac{\delta(S)}{S} \Big|_{2h2k2l} \approx \frac{5\sqrt{3}}{16\pi} V_{hkl} \alpha \quad (\text{IV.76})$$

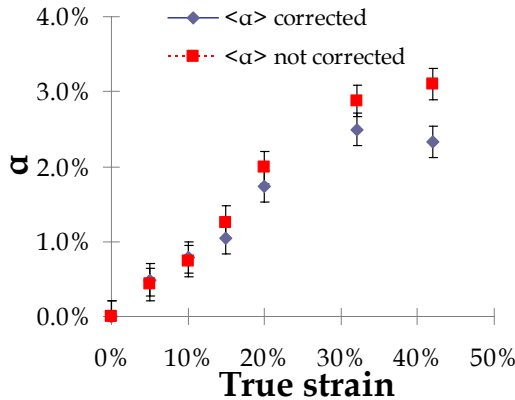


Fig. IV.107 : Evolution de la densité apparente moyenne de fautes d'empilement  $\alpha$  avec la déformation vraie pour la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante. Les mesures non corrigées sont le résultat de la moyenne des trois premiers pics (111), (200) et (220). Les mesures corrigées de  $\alpha$  sont réalisées sur les pics (111), (200) et (220) et corrigées avec leur harmonique supérieur

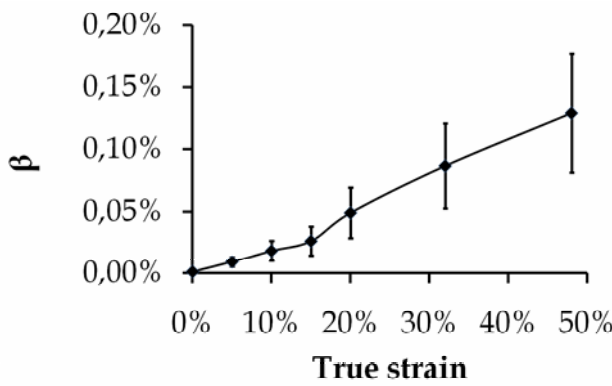


Fig. IV.108 : Evolution de la densité moyenne de fautes d'empilement  $\beta$  avec la déformation vraie pour la nuance CC3 calculée à partir de la densité de faute apparente  $1.5\alpha + \beta$ . L'incertitude est estimée directement à partir de l'écart-type des valeurs sur les onze pics de diffraction

$\epsilon$	$\langle \beta \rangle$ (NR)
0%	0.001%
5%	0.009%
10%	0.018%
15%	0.026%
20%	0.049%
32%	0.087%
45%	0.129%

Tab. IV.12 : Densités de joints de macles déterminées par diffraction en fonction de la déformation vraie pour la nuance CC3 déformée à partir de la densité de faute apparente  $1.5\alpha + \beta$

Les densités de joints de macles sont calculées à partir des tailles de domaine cohérent, déterminées par la méthode de la tangente à l'origine de la transformée de Fourier (figure IV.85a). Comme  $\frac{1}{M} = \frac{(1.5(\alpha' + \alpha'') + \beta)}{a} \langle W_{hkl} \rangle$  on considérera que la probabilité de joints de macles  $\beta$  correspond à :

$$\beta \approx \frac{1.5\alpha + \beta}{2.5} \quad (IV.77)$$

On obtient alors la figure IV.108 et le tableau IV.12. A rupture la probabilité de joints de macles est de 0.13%, soit une distance entre joints de macles de 155nm.



## IV.4 Synthèse et conclusions

	Williamson-Hall modifiée	Déplacements des pics de diffraction	Méthode des moments	Etude des profils des transformées de Fourier
$\rho$	Pas de quantification	Mesures peu précises	Valeurs surévaluées	Valeurs correctes
$1.5\alpha+\beta$	Mesures surévaluées	Ø	Pas de séparation possible du back-stress	Valeurs correctes
$\alpha$	Ø	Valeurs surévaluées	Ø	Ø
back-stress	Séparation difficile avec l'effet des dislocations	Ø	Pas de séparation possible des effets de taille	Valeurs correctes

Tab. IV.13 : Calcul des différents paramètres liés à la microstructure par les différentes méthodes présentées dans cette étude et résultats comparés

Dans le tableau IV.13 les résultats de ce chapitre sont résumés. A partir des observations réalisées on peut effectuer quelques commentaires sur les différentes méthodes d'analyse des profils de raies de diffraction présentées dans cette étude.

La méthode de Williamson-Hall est la méthode la plus facile à mettre en place, elle ne permet cependant pas de réaliser des mesures quantitatives de la densité de dislocations moyenne. Concernant l'évaluation des probabilités de fautes la méthode est peu précise dans notre cas étant donné que les effets de distorsions prédominent. De plus l'incertitude sur la détermination des constantes élastiques  $C_{11}$   $C_{12}$   $C_{44}$  ou sur la nature des dislocations influence fortement le résultat. Cependant on peut tout de même dégager un premier ordre de grandeur ainsi que l'évolution de la probabilité de fautes au cours de la déformation même si l'on ne peut distinguer par cette méthode les fautes d'empilement des joints de macles.

La seule méthode existante à l'heure actuelle pour mesurer de façon indépendante la probabilité de fautes d'empilement et la probabilité de joints de macles est l'étude des déplacements des pics de diffraction. Cependant les densités déterminées par cette méthode ne sont pas en accord avec les tailles de domaines cohérents mesurés par diffraction à partir des élargissements des pics.

La méthode des moments a conduit à deux observations importantes. Premièrement les densités de dislocations mesurées par cette méthode ne correspondent vraisemblablement pas à des densités moyennes mais les mesures sont plutôt représentatives des zones les plus déformées. Ces densités calculées doivent donc plutôt correspondre aux empilements de dislocations sur les joints de grains ou les joints de macles. Deuxièmement les mesures des probabilités de fautes ne sont pas possibles dans notre cas car le comportement asymptotique caractéristique utilisé pour cela est identique à celui lié au back-stress.

L'étude des profils des transformées de Fourier semble être la méthode la plus polyvalente pour déterminer la probabilité de fautes, de dislocations et le back-stress. On notera cependant qu'il est malheureusement impossible de distinguer les probabilités de fautes d'empilement des densités de joints de macles.

La conclusion la plus importante de ce chapitre correspond à l'interprétation du terme supplémentaire que l'on a introduit dans l'expression des transformées de Fourier des pics de diffraction. On a vu que l'analyse des largeurs intégrales était caractéristique d'une distorsion du réseau conformément aux contrastes des dislocations. Le comportement asymptotique de l'intensité diffractée est par contre caractéristique d'une petite taille de domaine. Cela conduit à introduire un terme supplémentaire dans l'expression de la transformée de Fourier :  $A_L^B$ . La dépendance mesurée de  $A_L^B$  avec  $S/E_{hkl}$  montre une bonne corrélation entre les deux, en particulier pour les grandes déformations. La dépendance de  $A_L^B$  avec  $L$  nous a amené à relier  $A_L^B$  avec les singularités de contraintes en tête des empilements de dislocations qui sont à l'origine du back-stress dans nos aciers. La comparaison du back-stress mesuré par essais mécaniques Bauschinger avec les contraintes, obtenues à partir des élargissements de raie déduits des valeurs de  $A_L^B$  (en supposant que ces élargissements proviennent d'hétérogénéités de déformations élastiques), est venue confirmer que  $A_L^B$  est directement relié au phénomène de back-stress.

A partir de ce résultat nous pouvons maintenant préciser les modes de déformation des aciers TWIP. Il reste cependant nécessaire de valider nos mesures par diffraction avec les résultats d'autres types de mesures.

# Chapitre V. Les mécanismes de déformation à travers l'analyse par diffraction

Afin de valider la méthode que nous avons développée, nous comparerons nos mesures par diffraction avec des mesures indépendantes. A l'aide de la méthode ainsi validée, nous allons comparer les résultats sur la nuance CC3 et ceux sur la nuance FeMn1000. L'influence de la texture sur les modes de déformation activés sera également abordée.

## V.1 Validation de la nouvelle méthode d'analyse des profils de la transformé de Fourier de l'intensité diffractée

Afin de valider les mesures par diffraction, notamment les mesures des probabilités de fautes et les mesures de densités de dislocations, nous présenterons d'abord les résultats de notre méthode d'analyse sur un matériau modèle, en l'occurrence un monocristal de cuivre. Nous présenterons ensuite les résultats d'une étude par microscopie électronique en transmission utilisant un procédé d'indexation automatique des orientations d'un échantillon Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C. Nos mesures de densité de dislocations par diffraction après prise en compte du back-stress seront comparées à des mesures de densités de dislocations par pesée différentielle réalisées par Hutchinson et Ridley (Hutchinson & Ridley, 2006).

### V.1.1 Validation de l'outil à partir de mesures sur un monocristal de Cuivre

Pour valider les mesures de densité de dislocations par diffraction, il convient de comparer les mesures à des échantillons de référence. Les monocristaux de cuivre ont été à de multiples reprises analysés par diffraction. Voir par exemple les travaux de Ungar, Mughrabi Groma et Wilkens (Mughrabi *et al.*, 1986, Ungár *et al.*, 1989, Ungar *et al.*, 1998). Dans notre étude, nous avons caractérisé un monocristal de cuivre déformé en traction uniaxiale à 4.2K (Niewczas, Basinski & Embury, 2001, Niewczas, Basinski, Basinski *et al.*, 2001). A cette température et avec l'axe de sollicitation choisi, le monocristal se déforme dans un premier temps par glissement planaire des dislocations (stade I et II de la déformation) puis un important phénomène de maclage se produit une fois atteinte une certaine contrainte critique (stade III). Le monocristal que nous avons caractérisé correspond à la fin du stade III (figure V.109), c'est-à-dire le moment où le phénomène de maclage sature. La phase maclée qui correspond à une seule famille de macles représente alors environ 75% du volume du monocristal.

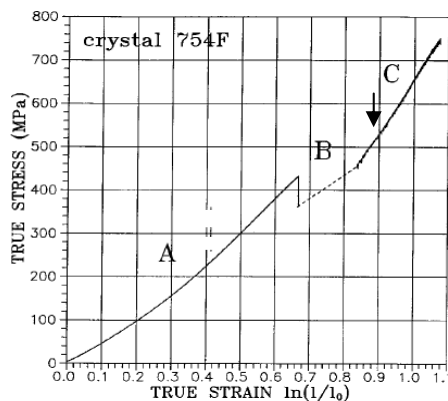


Fig. V.109 : Courbe de traction d'un monocristal de cuivre avec une orientation initiale [541] par rapport à l'axe de traction, déformé à 4.2 K. Le cristal analysé correspond à une contrainte de 540MPa, la déformation a été arrêtée au début de la région C. La flèche verticale indique le niveau de déformation de notre monocristal. La région B montre des instabilités du fait de la réduction non uniforme de la section d'éprouvette au cours de la déformation

La densité de dislocations a été évaluée in-situ à 4.2K par mesure de résistivité et par comptage des dislocations en deux ondes et en champ faible par microscopie en transmission. Les observations à température ambiante ont montré que la restauration était négligeable. A 540MPa la densité mesurée en deux ondes est de  $4.3 \cdot 10^{14} \text{m}^{-2}$ , en champ faible elle est de  $1.6 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$  et par résistivité elle est estimée à  $2.5 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$ . La densité de plans de macles a été estimée par microscopie électronique en transmission à  $10^7 \text{m}^{-1}$ . Cette densité correspond à  $\beta=0.2\%$ .

Les résultats de l'optimisation de la fonction  $A_{Lc} = A_L^S \cdot A_L^D \cdot A_L^B$  sur les profils des transformées de Fourier des pics de diffraction sont données sur la figure V.110 pour les plans {111} des zones maclées.

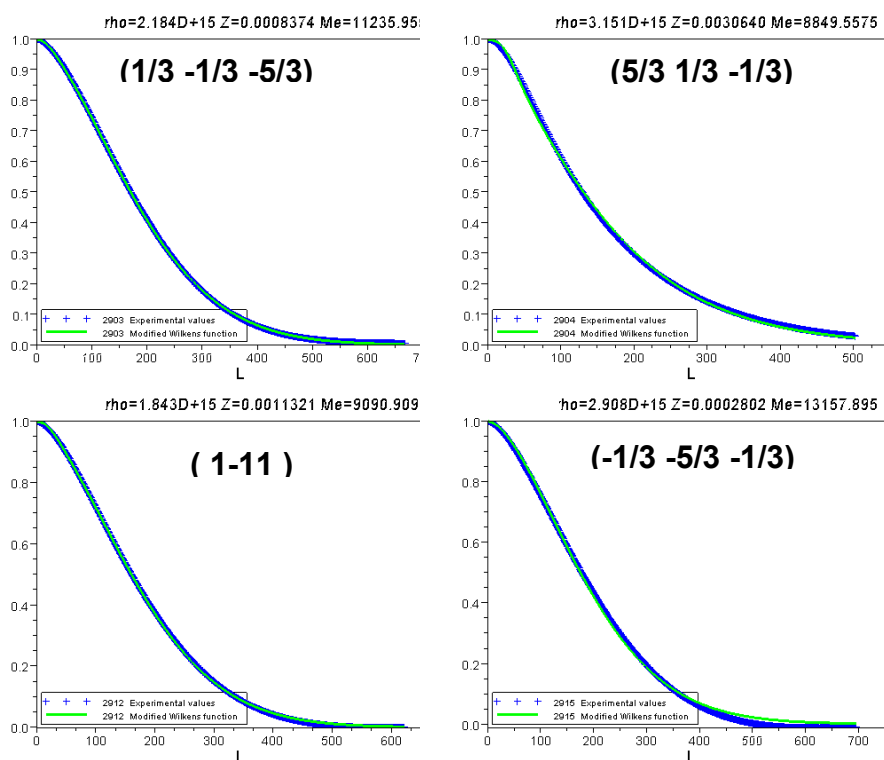


Fig. V.110 : Courbes représentant les transformées de Fourier des intensités diffractées (+) ainsi que leurs profils calculés à partir des expressions analytiques théoriques et du terme  $A_L^B$  empirique pour les raies (111) des zones maclées du monocristal de cuivre déformé à 4.2K. La raie notée (1-11) est commune aux zones maclées et à la matrice. Les indices  $\{hkl\}$  sont identiques à ceux de (Niewczas, Basinski, Basinski *et al.*, 2001)

L'analyse d'une dizaine de pics de diffraction conduit à une densité de dislocations moyenne de  $(1.5 \pm 0.7) \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$  dans les zones maclées et de  $(3 \pm 1) \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$  dans la matrice. Avec une proportion de phase maclée mesurée de 75%, la densité de dislocations sur l'ensemble du matériau est d'environ  $(1.8 \pm 1) \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$ . L'incertitude est prise comme l'écart type des résultats.

La densité de joints de macle a été mesurée à partir de la pente à l'origine de la transformée de Fourier des pics  $\{111\}$ . En négligeant la probabilité de fautes d'empilement apparente, on trouve  $\beta = (0.07 \pm 0.01)\%$ .

Ces valeurs sont en bon accord avec les mesures en microscopie. La densité de dislocations estimée par diffraction est comprise entre la mesure par résistivité et celles mesurées par comptage en microscopie. La probabilité de joints de macles est relativement inférieure à celle estimée par microscopie mais cette dernière ne donne qu'un ordre de grandeur de la densité de joint de macles. Sur la raie commune à la matrice et à la macle (1 -1 1) on trouve une densité  $\beta = 0.04\%$ . Normalement dans cette orientation les joints de macles sont invisibles ( $V_{111} = 0$ ).

	$\rho$ (m <sup>-2</sup> )	$\beta$
MET	$(1.0 \pm 0.6) \cdot 10^{15}$	0.2%
Résistivité	$2.5 \cdot 10^{15}$	
DRX	$(1.8 \pm 1) \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$	$(0.07 \pm 0.01)\%$

Tab. V.14 : Comparaison de la densité de dislocations et de la probabilité de joint de macle par différentes méthodes

On peut conclure que la méthode d'analyse par l'étude des profils des transformées de Fourier donne des résultats qui sont conformes aux observations dans l'espace réel (tableau V.14).

Le calcul du durcissement par le modèle de la forêt de dislocations ( $\sigma_d = \alpha F_t \mu b \sqrt{\rho}$ ) avec la densité de dislocations mesurée aboutit à une contrainte de 410MPa (avec  $\alpha=0.3$ ,  $F_t=3$ ,  $\mu=42\text{GPa}$ ,  $b=2.55\text{\AA}$  et  $\rho=3.5 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$ ). La différence entre la contrainte d'écoulement expérimentale (540MPa) avec cette contrainte calculée, soit 130MPa correspond environ aux contraintes internes calculées à partir du terme  $A_L^B$  soit  $(150 \pm 100)$  MPa.

On peut conclure que la nouvelle méthode d'analyse par l'étude des profils des transformées de Fourier donne des résultats qui sont conformes aux observations dans l'espace réel.

### V.1.2 Comparaison des densités de joints de fautes avec les mesures de densités de joints de macles réalisées avec le programme d'indexation automatique des clichés MET

La technique de la microscopie en transmission a déjà été employée avec succès pour caractériser les microstructures de maillage des aciers austénitiques FeMnC (ALLAIN, 2004, Bracke, 2006). Le système d'indexation automatique des clichés de diffraction pris en microscopie électronique en transmission apporte une aide considérable dans l'exploitation quantitative des clichés. Ce système est tout à fait comparable au système basé sur les lignes de Kikuchi utilisé par la méthode EBSD (electron backscattered diffraction). La technologie d'indexation par MET présente l'avantage d'apporter une résolution élevée (jusqu'à 10 nm) qui permet d'obtenir une mesure de l'ensemble des macles.

### V.1.2.1 Dispositif expérimental et indexation automatique des clichés de diffraction

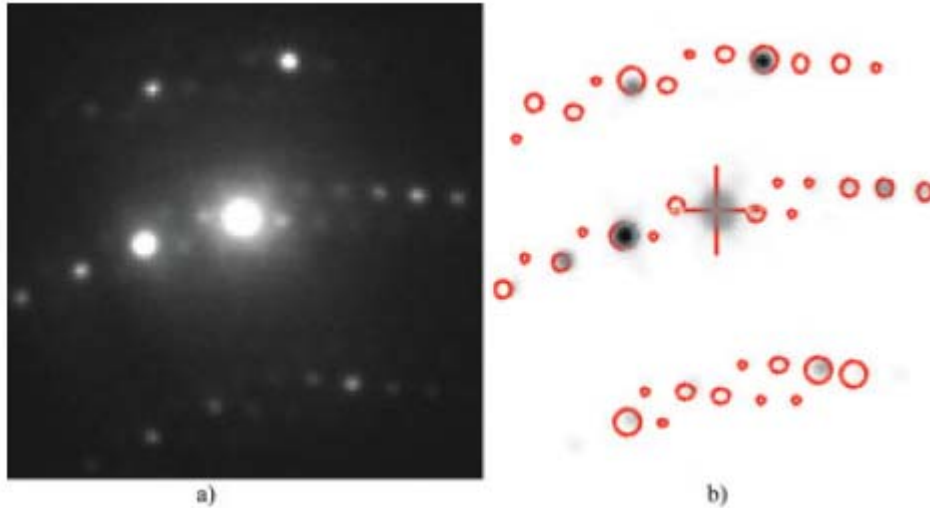


Fig. V.111 : Exemple d'un cliché de diffraction de fer  $\alpha$  acquis a) et filtré avec l'orientation sélectionnée surimposée b) (E. F. Rauch, 2005)

Le système d'indexation automatique des clichés de diffraction sous MET (Rauch & Dupuy, 2006, E. F. Rauch, 2005) après sélection du système de symétrie, compare le cliché expérimental avec une base de données de clichés et sélectionne celui qui lui correspond le mieux (figure V.111). Le cliché sélectionné permet de retrouver l'orientation du cristal.

A partir de ce système on peut tirer trois types de cartographies. La carte d'orientation, la carte de qualité d'indexation et la carte de pseudo-champ clair. La carte d'orientation représente l'orientation des cristaux du cliché de la base sélectionnée. La carte de qualité d'indexation permet de comparer la première carte avec la fiabilité de la mesure d'orientation et la dernière carte correspond à une image dans l'espace réel de l'échantillon. Cette dernière carte reconstruite à partir de l'intensité du faisceau transmis est tout à fait comparable à une vraie image en champ clair. On a ainsi, en même temps, un cliché comparable à un cliché classique en champ clair et une image de l'orientation de l'échantillon. Ce type de carte permet de mettre aussi en évidence une éventuelle dérive du faisceau.

Dans notre étude, le pas entre deux clichés de diffraction est de 15nm ce qui permet d'identifier les macles les plus fines.

### **V.1.2.2 Résultats sur la nuance CC3 déformée à 20%**

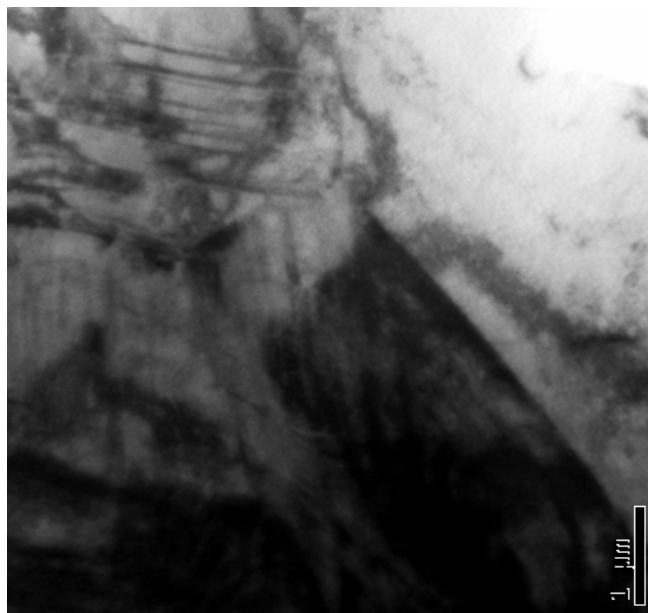


Fig. V.112 : Cliché en champ clair de la nuance CC3 déformée de 20% vrai en traction uniaxiale

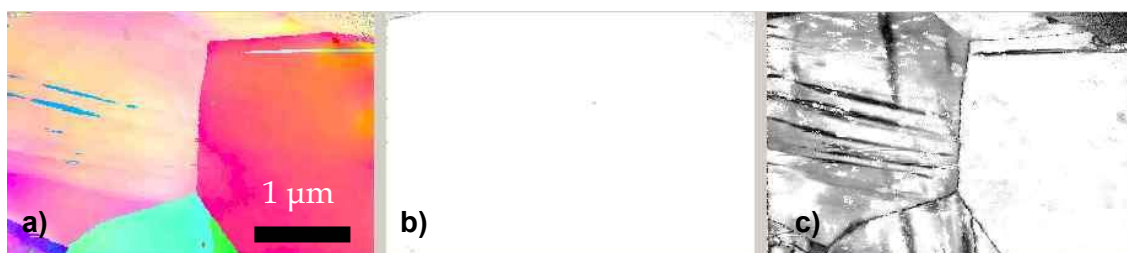


Fig. V.113 : Nuance CC3 déformée de 20% (a) image représentant les orientations (b) indices de qualités (c) pseudo champ clair

Les mesures ont été réalisées sur la nuance CC3 déformée par traction uniaxiale à température ambiante pour 20% de déformation vraie. Sur la figure V.112 est représentée la zone qui a fait l'objet de l'analyse dont les résultats sont représentés sur la figure V.113. La zone analysée est de 300 points par 200, soit une surface de  $13.5 \mu\text{m}^2$ . En champ clair on distingue nettement des systèmes de macles parallèles mais il est difficile de les quantifier. De plus, les macles peuvent parfois être confondues avec une bande de cisaillement. La cartographie d'orientation (figure V.113 a) permet d'identifier plus clairement les faisceaux de macles. La cartographie de qualité d'indexation (figure V.113 b) montre que celle-ci est excellente sur toute la zone analysée.





Fig. V.114 : Cartographie des orientations d'un échantillon de la nuance CC3 déformée de 20%.. L'ellipse signale une mesure de désorientation

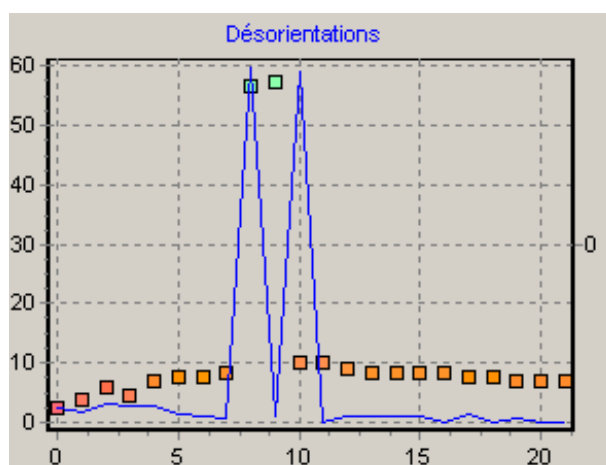


Fig. V.115 : CC3 mesures de désorientations, deux points de mesures sont séparés de 15nm. Les symboles  $\square$  marquent la désorientation par rapport au premier point et la ligne représente la désorientation entre deux points successifs. Les joints de macles apparaissent comme en EBSD avec une désorientation de  $60^\circ$  avec la matrice. On observe aussi une désorientation progressive avant les joints de macles

Sur cette image on a réalisé une mesure des désorientations (figure V.114). Il s'agit de la désorientation autour d'une macle ce qui est confirmé par la désorientation de  $60^\circ$  correspondant aux deux joints de la macle. De plus, on observe une forte désorientation près d'un des deux joints de la macle. Cette désorientation est de près de  $10^\circ$  sur 100nm.

Afin de relier les mesures par diffraction des rayons X des densités de joints de macles avec les observations MET des distances moyennes entre joints de macles on considérera  $d_m$  la distance entre les joints de macles suivant la normale aux plans de macle.

Soit  $\theta$ , l'angle entre le joint de macle et la surface de l'échantillon, la distance  $d_g$  est donnée par :  $d_m = \frac{d_{MET}}{\langle \cos \theta \rangle}$ , soit  $d_m = \frac{d_{MET}}{2}$ .

On a vu précédemment (équation V.78) que la distance entre joints de macles suivant la normale aux joints de macles, en considérant qu'un seul système de macles est activé, et que le joints de macles sont réparties aléatoirement, est :

$$d_m \approx \frac{2.5}{1.5 + \beta} \cdot d_{111} = \frac{0.5}{1.5 + \beta} \text{ (en nm)}$$

Les mesures de probabilité de fautes  $1.5\alpha + \beta$  pour ce niveau de déformation sont de 0.12%. La distance moyenne entre les joints de macles mesurées par diffraction, suivant la normale aux plans de macles, est alors dans ces conditions, de 410nm.

A l'aide des mesures de désorientation, les joints de macles d'un grain peuvent être identifiés et comptés. A 20% de déformation vraie sur la nuance CC3 sur 9 grains, on a observé une distance moyenne  $d_{MET}$  entre joints de macle de 240nm, soit une mesure de  $d_m$  de 120nm (contre 410nm mesurée par diffraction des rayons X). Cependant, les zones des échantillons de la nuance CC3 déformé à 20% ne sont pas représentatives car on a choisi d'analyser les zones où l'on apercevait des macles. Une étude plus statistique et sur un nombre plus important de grains est nécessaire mais le résultat des mesures par MET montre que les mesures par diffraction aux rayons X ont le bon ordre de grandeur.

### V.1.3 Validation des densités de dislocations mesurées par analyse des profils de raie de diffraction

Les densités de dislocations calculées par analyse des profils de raie de diffraction semblent être surestimées. En particulier on a mesuré une densité de dislocations de l'ordre de  $10^{15}m^{-2}$  après 5% de déformation vraie. Afin de clarifier ce point, nous comparerons les résultats des mesures de densités de dislocations par pesée différentielle (Hutchinson & Ridley, 2006), avec des mesures de densités de dislocations à partir des déplacements des pics de diffraction et aussi avec des clichés MET d'échantillons faiblement déformé.

#### V.1.3.1 Comparaison avec les mesures de densité de dislocations par pesée différentielle

Les mesures de densité de dislocations par pesée différentielle sur un acier Hadfield (Hutchinson & Ridley, 2006) ont déjà été présentées au paragraphe IV.1.4.2.1. Les mesures de pesée des échantillons ont été réalisées à l'air et dans du 1,2-di bromo éthane (d'une densité de  $2160 \text{ kg.m}^{-3}$ ). La différence de poids dans les deux environnements permet de retrouver la densité de l'échantillon en suivant le

principe d'Archimède. En effet, les dislocations engendrent une variation de la masse volumique du cristal. En suivant les calculs de Seeger (Seeger & Stehle, 1956) on

$$a : \rho = \frac{D_0 - D}{D_0} 9.10^{18}, \text{ avec } D \text{ et } D_0 \text{ les densités des échantillons mesurés et de référence respectivement.}$$

Comme les aciers Hadfield Fe14Mn1C ont des propriétés mécaniques comparables à nos aciers Fe22Mn0.6C on peut comparer les densités de dislocations mesurées par pesée différentielle sur les premiers avec les mesures de densités de dislocations obtenues à partir de notre analyse par diffraction sur les seconds. Sur la figure V.116, on constate que les résultats sont tout à fait comparables par les deux méthodes. Ceci semble confirmer que les aciers TWIP présentent des densités de dislocations extrêmement élevées et ce même pour de très faibles déformations.

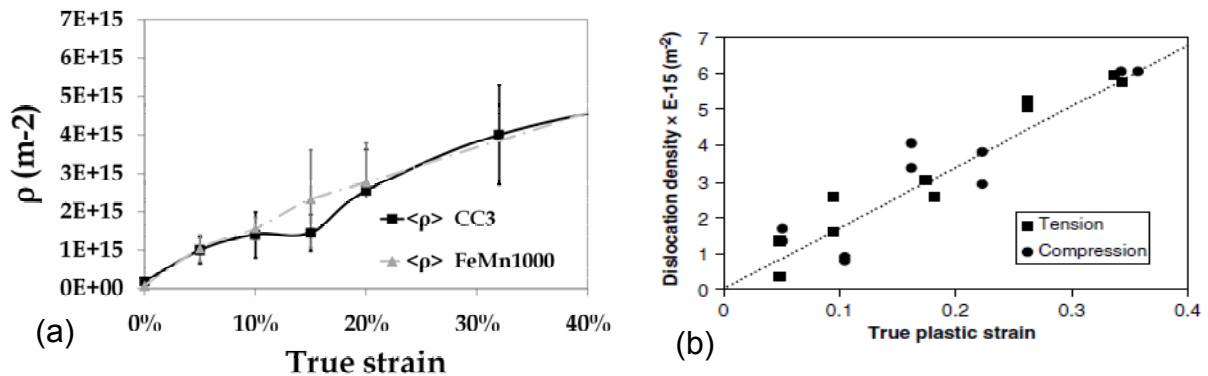


Fig. V.116 : (a) Densités de dislocations mesurées à différents niveaux de déformation par analyse des profils de raies de diffraction sur des aciers Fe22Mn0.6C. (b) Densités de dislocations mesurées à différents niveaux de déformation sur un acier Fe14Mn1C (Hutchinson & Ridley, 2006)

### V.1.3.2 Comparaison avec l'évolution des distances inter-réticulaires

On a vu au paragraphe IV.1.4.2 que l'on pouvait relier la variation de densité volumique  $\frac{\Delta V}{V}$  à un déplacement des pics de diffraction avec la relation suivante :

$$\left. \frac{\delta(S)}{S} \right|_{\varepsilon} = \frac{1/d_{hkl} - 1/d_{hkl}^0}{1/d_{hkl}^0} = -\varepsilon_{hkl}$$

On peut prendre en compte l'influence sur la position des pics de Bragg des fautes d'empilement (paragraphe IV.1.4.2.2) en utilisant la relation :

$$\frac{\delta(S)}{S} \Big|_{hkl} + 2 \frac{\delta(S)}{S} \Big|_{2h2k2l} \approx -\frac{\Delta V}{V} \approx \frac{\rho}{9 \cdot 10^{18}}$$

Les résultats obtenus à partir de cette relation pour la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante sont donnés sur la figure V.117. On observe que l'incertitude sur ces mesures est très élevée. Celle-ci est supérieure aux valeurs des densités de dislocations à l'exception de la mesure à rupture pour laquelle  $\rho \approx 10^{15} \text{m}^{-2}$  contre  $5 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$  par l'étude des profils de raie de diffraction et  $7 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$  par pesée différentielle.

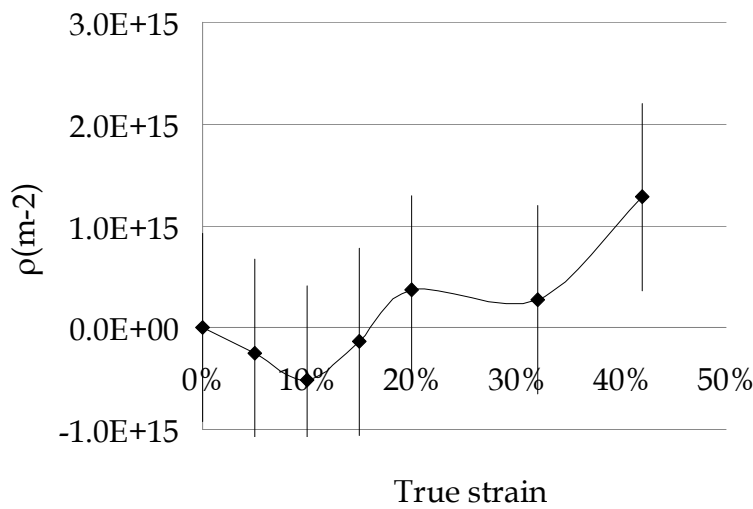


Fig. V.117 : Evolution de la densité de dislocations avec la déformation vraie pour la nuance CC3 déformée en traction uniaxiale à température ambiante. Les mesures sont obtenues à partir des déplacements des trois premiers pics (111), (200) et (220) et de leur harmonique

### V.1.3.3 Comparaison avec les observations de la microscopie électronique

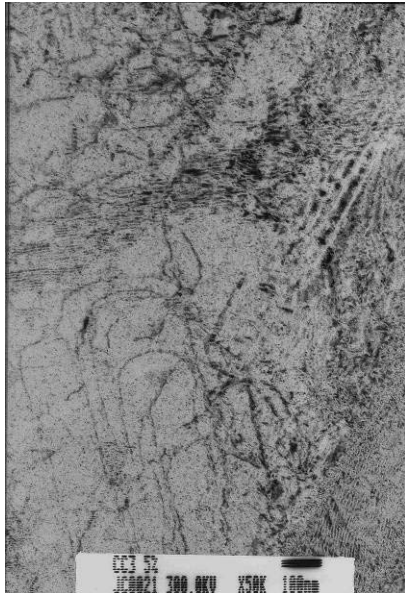


Fig. V.118 : Cliché en champ clair de la nuance CC3 déformée de 5% vrai en traction uniaxiale

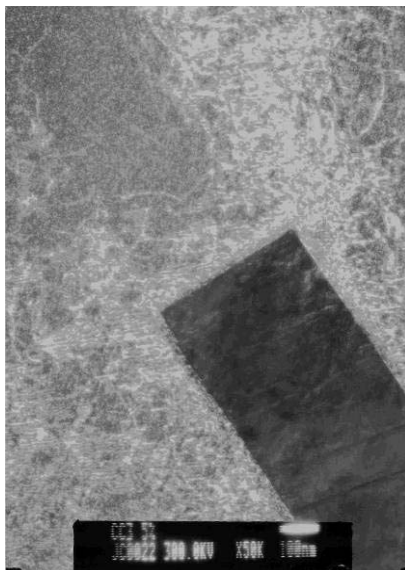


Fig. IV.82 bis : Micrographie MET, en deux ondes, d'une macle de recuit sur la nuance CC3 déformée de 5% vrai à température ambiante. Les dislocations sont empilées sur les joints de la macle de recuit (présente avant la déformation)

Les observations en microscopie électronique pour les faibles niveaux de déformation ne montrent cependant pas de très fortes densités de dislocations. La figure V.118 montre que la densité de dislocations reste faible pour des échantillons déformés de 5% vraie. Il y a tout au plus quelques dizaines de dislocations par mètre carré soit une densité de dislocations de quelques  $10^{13} \text{ m}^{-2}$ .

### V.1.3.4 Conclusions

Les estimations des densités de dislocations et de fautes par notre méthode d'analyse des transformées de Fourier des profils de diffraction sur le monocristal de

cuivre sont en très bon accord avec les observations MET et les mesures de résistivité sur ce cristal.

Concernant les résultats sur les aciers TWIP, les observations MET par indexation automatique des clichés de diffraction conduisent à une estimation des distances entre joints de macles en accord avec celles obtenues par diffraction.

Les mesures par pesée différentielle corroborent nos mesures de densité de dislocations. Cependant les densités de dislocations calculées sur les états faiblement déformés ne concordent pas avec les observations au MET. On doit envisager deux possibilités pour résoudre ce dilemme.

Soit les mesures par pesée et par diffraction sont correctes et dans ce cas les dislocations que l'on n'observe pas au MET doivent se trouver dans les empilements de dislocations. Il est en effet extrêmement difficile de déterminer le nombre de dislocations dans ces empilements, comme on peut le voir sur la figure IV.82 bis. Cette hypothèse est en adéquation avec les mesures de back-stress qui est un phénomène important dans ces aciers, et ce dès le début de la déformation. A 5% on rappelle qu'il a été mesuré comme égal à environ 200MPa par essai Bauschinger et à 100MPa environ par diffraction ce qui nécessite une forte densité de dislocations.

Les mesures par pesée et par diffraction conduisent à une surévaluation de la densité de dislocations sur les matériaux à faible EFE. Les mesures sur des matériaux à EFE moyenne comme le cuivre ont montré que la diffraction permettait de déterminer des densités de dislocations en accord avec les observations en microscopie (Ungár *et al.*, 1984, Groma *et al.*, 1988, Ungár *et al.*, 1989). De plus, les mesures à température ambiante sur le cuivre (déformé à une température où son EFE est suffisamment faible pour se déformer par maclage) montrent un bon accord avec les mesures par MET (Niewczas, Basinski & Embury, 2001). Il serait donc intéressant de mesurer la densité de dislocations par analyse des profils de raie de diffraction à froid (4.2K) sur des échantillons de cuivre ou bien de mesurer la densité de dislocations de nos aciers mais à température suffisamment élevée pour augmenter sensiblement l'EFE mais suffisamment basse pour ne pas activer la restauration (soit environ 400°C).

## V.2 Evolution des modes de déformation des nuances CC3 et FeMn1000 lors d'une déformation à température ambiante

Les nuances CC3 et FeMn1000 sont très semblables. Elles ont toutes les deux une taille de grains de 3µm et des compositions proches avec 22.6% de manganèse et 0.6% de carbone (pourcentages massiques) (voir paragraphe III.1). La principale

différence tient au fait que la nuance CC3 est issue d'une coulée industrielle alors que la nuance FeMn1000 est issue de petits lingots coulés en laboratoire. Dans cette partie, les incertitudes sur les grandeurs estimées par notre méthode d'analyse par diffraction sont prises égales à l'écart-type des valeurs des onze pics de diffraction.

### V.2.1 Comparaisons entre la nuance CC3 issue d'une coulée industrielle avec la nuance FeMn1000 issue d'un lingot coulé en laboratoire

En utilisant l'expression de Wilkens  $\left( A_L^D = \exp\left\{ -\frac{\pi}{2} g^2 b^2 \bar{C} \rho L^2 f\left(\frac{L}{R_e}\right) \right\} \right)$  pour

les profils des transformées de Fourier de l'intensité diffractée on a pu déterminer les densités de dislocations  $\rho$ .

Les densités de dislocations déterminées par diffraction, après prise en compte du back-stress, sur les deux nuances sont très semblables (figure V.119 a). A rupture, la densité de dislocations est, dans les deux cas, de  $5 \cdot 10^{15} \text{ m}^{-2}$ .

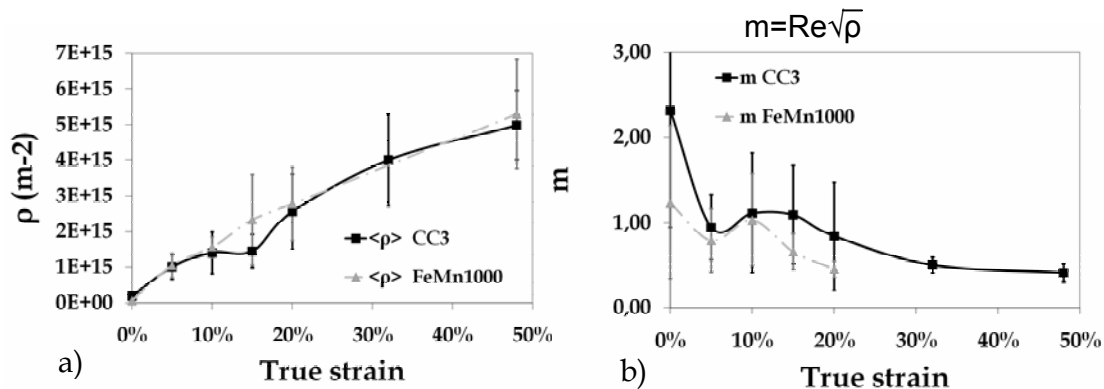


Fig. V.119 : a) Evolution de la densité de dislocations calculée avec la déformation pour la nuance CC3 et FeMn1000 b) Evolution du paramètre caractéristique de la distribution des dislocations avec la déformation pour la nuance CC3 et FeMn1000

En optimisant les valeurs de  $A_L^D$ , on a aussi déterminé les rayons de coupure externe des dislocations  $R_e$  (paragraphe II.2.1.2.2.4). Généralement on n'interprète pas directement  $R_e$  mais plutôt le paramètre  $m$  qui est relié à  $\rho$  et  $R_e$  par :  $m = R_e \sqrt{\rho}$ . On rappelle que ce paramètre caractérise le type de distribution pour les dislocations. Pour  $m \gg 1$  la distribution des dislocations est aléatoire, c'est le cas de l'échantillon non déformé. Lorsque  $m < 1$  la distribution des dislocations est fortement ordonnée. Ce cas peut correspondre à un caractère dipolaire très fort mais il peut aussi être caractéristique des empilements de dislocations.

Le paramètre  $m$  diminue très fortement entre l'échantillon non déformé et 5% de déformation vraie et ce sur les deux nuances (figure V.119 b ). La diminution progressive de  $m$  au cours de la déformation montre que le glissement reste planaire et que le glissement dévié des dislocations n'est pas activé, et ce même pour les plus fortes contraintes appliquées.

Tout comme il n'y a pas de différence visible sur les distributions de dislocations mesurées par diffraction. On ne constate pas de différences très notables sur les contraintes  $\Delta\sigma$ , liées au back-stress, et sur les probabilités de fautes mesurées par diffraction entre la nuance CC3 et la nuance FeMn1000 (figure V.119 a et b ). On note cependant des probabilités de fautes légèrement plus faibles (0.26% contre 0.32%) et des contraintes induites par les hétérogénéités de déformation élastiques aussi plus faibles (700MPa contre 900MPa) pour la nuance FeMn1000. Ceci ouvre deux pistes à explorer. D'abord les évolutions des probabilités de fautes et des contraintes  $\Delta\sigma$  semblent fortement corrélées. Ensuite les mesures plus faibles des contraintes  $\Delta\sigma$  sur la nuance FeMn1000 ouvrent une piste de discussion sur les mécanismes de durcissement structural. En effet la différence de 200MPa mesurée sur les hétérogénéités de déformation élastiques que l'on relie au back-stress n'influence pas significativement la contrainte d'écoulement à rupture qui est équivalente pour les deux nuances. Ce résultat devra être confirmé par d'autres observations.

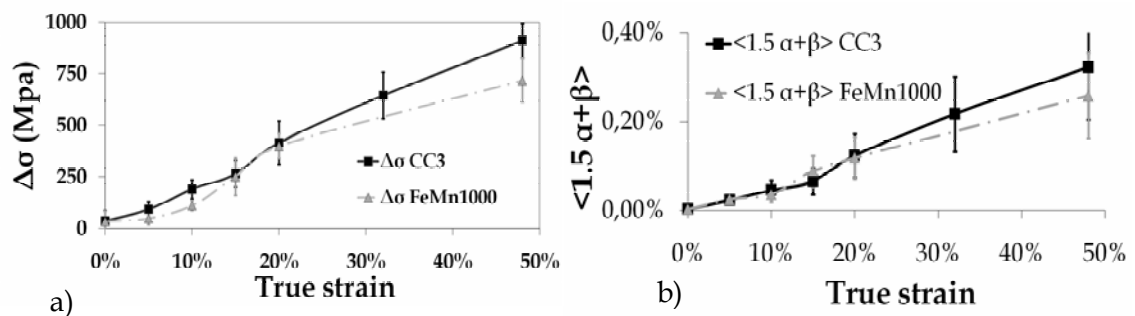


Fig. V.120 : a) Evolution des contraintes induites par les hétérogénéités de déformation élastiques,  $\Delta\sigma$ , calculé à partir des raies (111), (200), (220), (222) et (400) avec

$$\Delta\sigma = \frac{Z \langle E_{hkl} \rangle}{\pi\delta} \quad \text{b) Evolution des probabilités de fautes } 1.5\alpha+\beta \text{ avec la déformation}$$

## V.2.2 Lien entre probabilités de fautes et back-stress

L'énergie de faute d'empilement effective  $\Gamma^*$  est fonction de la contrainte

appliquée (Kestenbach, 1977a):  $\Gamma^* = \Gamma^\infty \pm \left[ \left( \frac{m_1 - m_2}{2} \right) \sigma b \right]$  (voir équation 1.7).

Cela signifie que lorsque le back-stress augmente, la dissociation des dislocations est



de plus en plus importante. La densité apparente de fautes,  $\alpha = \alpha' - \alpha''$ , doit donc augmenter avec la déformation.

On a vu au paragraphe IV.3.3.1 que la contrainte résolue à la distance  $r$  de la tête de l'empilement de dislocations est :  $\tau(r) \approx 2nb\mu \sqrt{\frac{1}{d_s \cdot r}}$  ((Hall, 1951) (Petch, 1953, Chou, 1967)).

$n$  est le nombre de dislocations dans l'empilement,  $b$  le vecteur de Burgers des dislocations et  $\mu$  est le module de cisaillement et  $d_s$  est la distance entre la source  $S$  de dislocations et le joint de grain. Si  $\Delta\sigma \propto \tau$ , la contrainte  $\Delta\sigma$  évolue en  $\sqrt{\frac{1}{d_s}}$ .

Soit  $d$  la distance entre les obstacles microstructuraux (ici les joints de grain et de macles) suivant la direction de glissement d'un système donné de dislocations. On peut raisonnablement relier  $d_s$  et  $d$  par une relation de proportionnalité  $d_s \propto d$ . Dans ce cas, la contrainte  $\Delta\sigma$  évolue en  $\sqrt{\frac{1}{d}}$ .

On exprime  $d$  en fonction de la distance entre joints de macles  $d_\beta$  et de la distance entre joints de grains  $d_g$  (Estrin & Mecking, 1984, Bouaziz & Guelton, 2001) :

$$\frac{1}{d} = \frac{1}{d_g} + \frac{1}{d_\beta}. \text{ Si on suppose que } d_\beta < d_g \text{ alors } d \text{ doit-être proportionnelle à la}$$

distance entre joints de macles. Considérons d'abord  $d_m$  la distance entre les joints de macles suivant la normale aux joints de macles. Pour relier  $d_m$  à  $\beta$  on fera les trois hypothèses suivantes :

- un système de macles est activé dans chaque grain
- la répartition des joints de macles est régulière
- la probabilité de joints de macles  $\beta$  correspond à  $\frac{1.5\alpha + \beta}{2.5}$

Avec ces hypothèses on relie  $d_m$  à  $1.5\alpha + \beta$  par la relation suivante :

$$d = \frac{2.5}{1.5\alpha + \beta} \cdot d_{111}, \text{ } d_{111} \text{ est la distance entre deux plans (111) soit environ 0.2nm.}$$

D'où :

$$d_m \approx \frac{0.5}{1.5\alpha + \beta} \text{ (en nm)} \tag{V.78}$$

Pour relier  $d_m$  à  $d$  on considère que l'angle entre le système de macles et la direction de glissement du système de dislocations séquent est de  $70.5^\circ$  (angle entre les plans (111)). On a alors :

$$d = \frac{d_m}{\cos 70.5^\circ} \text{ soit :}$$

$$d \approx \frac{1.5}{1.5\alpha + \beta} \text{ (en nm)} \quad (\text{V.79})$$

Par conséquent si le back-stress a bien pour origine les champs de contrainte en tête des empilements de dislocations, on doit retrouver une relation linéaire entre la contrainte de back-stress  $\Delta\sigma$  et  $\sqrt{1.5\alpha + \beta}$ .

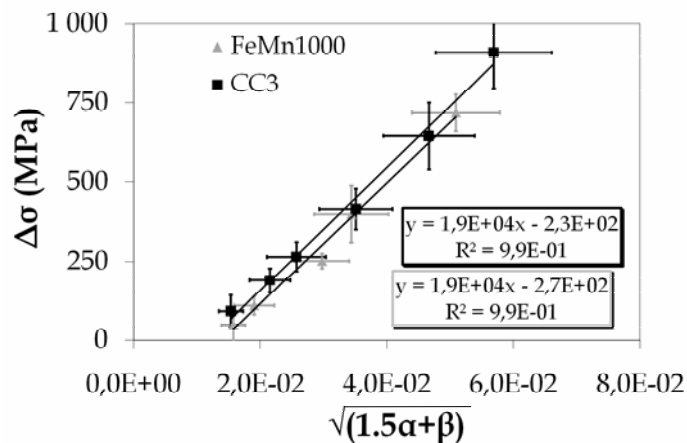


Fig. V.121 : Evolution de  $\Delta\sigma$  avec  $\sqrt{1.5\alpha + \beta}$  pour les nuances FeMn1000 et CC3

Sur la figure V.121 on constate que, sur les deux nuances, la relation est bien vérifiée. Dans les deux cas la pente est identique ce qui renforce notre hypothèse, le back-stress est directement lié à l'évolution particulière de la probabilité de joints de macles dans les aciers TWIP.

On pourrait vérifier cette relation en réalisant des mesures de back-stress avec des essais de type Bauschinger sur des nuances Fe22Mn0.6C à très gros grains. On sait en effet que le maclage nécessite d'atteindre localement une contrainte critique. Par conséquent une nuance à très grosse taille de grain permettrait de commencer à déformer l'acier sans que celui-ci ne macle et par conséquent sans écrouissage cinématique visible (ou back-stress) en début de déformation.

L'ordonnée à l'origine de la figure V.121 ne doit pas être interprétée en terme de contraintes mais de fautes. Sur l'état non déformé les dislocations peuvent être dissociées et des fautes d'empilement ont été observées en microscopie électronique (figure I.22). On doit donc avoir une probabilité de fautes d'empilement sur les états recristallisés d'environ 0.01%.

Le durcissement lié à l'effet Hall-Petch dynamique est provoqué par la réduction du libre parcours des dislocations induit par le maillage. Cet effet est intimement relié au phénomène de back-stress (Sinclair *et al.*, 2006, Bouaziz *et al.*, 2008) ce qui a été confirmé par nos mesures (figure V.121). On écrit l'incrément de contrainte du back-stress avec la relation suivante :

$$\Delta\sigma = F_t \frac{\mu b}{d} n \left(1 - \frac{n}{n^*}\right) \quad (V.80)$$

$n$  est le nombre moyen de dislocations dans les empilements,  $n^*$  est le nombre de dislocations au niveau des empilements provoquant l'écrantage total de l'effet de back-stress (Sinclair *et al.*, 2006) et  $d$  la distance entre les empilements.

L'expression du back-stress suivant cette relation implique que le back-stress soit inversement proportionnel à  $d$ .

Au paragraphe précédent, on a vu que l'on avait déterminé une relation linéaire entre  $\Delta\sigma$  et  $\sqrt{1.5\alpha + \beta}$ . La corrélation entre  $\Delta\sigma$  et  $1.5\alpha + \beta$  (figure V.122) est équivalente à celle entre  $\Delta\sigma$  et  $\sqrt{1.5\alpha + \beta}$  (figure V.121). On ne peut donc pas trancher entre les deux manières d'aborder le back-stress, c'est-à-dire soit par une hétérogénéité des contraintes provoquée par les contraintes en tête des empilements de dislocations (équation IV.74) ou comme un effet de la réduction du libre parcours moyen des dislocations (équation V.80).

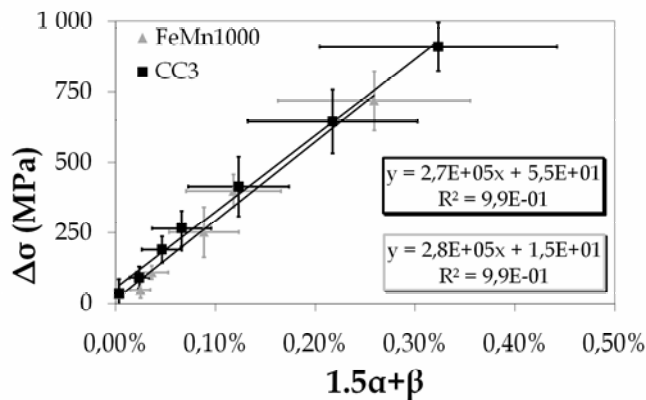


Fig. V.122 : Evolution de  $\Delta\sigma$  avec  $1.5\alpha + \beta$  pour les nuances FeMn1000 et CC3

### V.2.3 Les mécanismes de durcissement dans les aciers TWIP mesurés par diffraction

Le niveau de contrainte dans les aciers TWIP non micro-alliés est la combinaison de trois effets qui s'additionnent.

L'effet de la solution solide,  $\sigma_0$ , comprenant l'effet de dynamic strain ageing (DSA) ou effet du durcissement provoqué par les interactions entre les dislocations et le carbone. L'étude de Lieven Bracke qui consistait à remplacer le carbone par l'azote dans les aciers de type FeMnC a montré que l'effet de DSA est négligeable sur le durcissement au cours de la déformation (Bracke, 2006). En effet l'azote est plus mobile que le carbone et interagit donc moins fortement avec les dislocations. Cependant lorsque l'on remplace le carbone par l'azote le durcissement cinématique des aciers TWIP (au cours de la déformation) ne diminue pas ce qui montre que le DSA ne joue pas un rôle prépondérant dans le niveau des contraintes d'écoulement. L'effet de la solution solide sera donc supposé constant au cours de la déformation et ne participe pas au phénomène d'écrouissage.

L'effet du durcissement par réduction du libre parcours moyen des dislocations par l'augmentation de la densité de dislocations de la forêt :  $\sigma_f$ . On rappelle que si l'on suppose les dislocations ordonnées suivant un réseau de Taylor, on a alors :

$$\sigma_f = \alpha F_t \mu b \sqrt{\rho}$$
,  $\alpha = 0.3$  et  $F_t$ , le facteur de Taylor, est relié à la texture de l'échantillon et est égal à 3.06 dans le cas des CFC non texturés,  $\mu$  est le module de cisaillement et  $b$  le vecteur de Burgers.

L'effet d'écrouissage cinématique, ou back-stress  $\Delta\sigma$ , présenté dans le paragraphe précédent.

Le durcissement s'écrit donc comme la somme des trois termes  $\Delta\sigma$ ,  $\sigma_f$  et  $\sigma_0$  soit :  $\sigma = \sigma_0 + \sigma_f + \Delta\sigma$

Dans la suite nous nous intéresserons uniquement à  $\sigma - \sigma_e$ ,  $\sigma_e$  la limite élastique est prise égale à la contrainte d'écoulement à 0.2% de déformation vraie ( $\sigma_{0.2}$ ). On considérera que  $\sigma - \sigma_e = \sigma_f + \Delta\sigma$ . De plus on prendra  $\frac{1}{d_g} = 0$  car l'effet Hall-Petch de la taille de grain initiale est compris dans la limite élastique.

On représente sur la figure V.123 le durcissement de la nuance FeMn1000 déterminé expérimentalement, celui calculé à partir des densités de dislocations ( $\sigma_f$ ) et le back-stress  $\Delta\sigma$  calculé par diffraction. On constate que le durcissement provoqué

par les dislocations est assez largement supérieur au durcissement expérimental, en particulier pour le début de la déformation. A 5% de déformation, la densité de dislocations calculée, sur la nuance FeMn1000 ou la nuance CC3 est de  $10^{15} \text{ m}^{-2}$ . Cette densité est considérable mais nous verrons plus loin que cette mesure est confirmée par des mesures de densité par pesée différentielle ((Hutchinson & Ridley, 2006)).

Considérons l'autre terme de durcissement, celui lié à l'écroissage cinématique ou back-stress. Il est lui aussi assez élevé, l'apport de l'écroissage cinématique lié au maillage sur le durcissement à rupture est de 700MPa pour la nuance FeMn1000 et de 900MPa pour la nuance CC3.

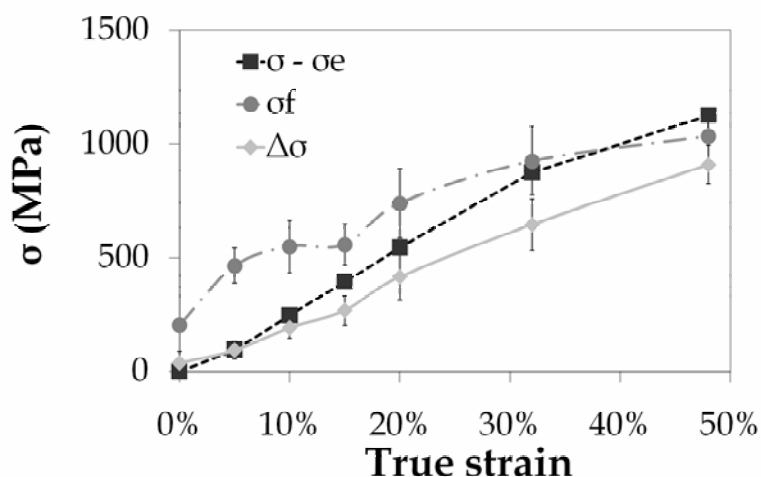


Fig. V.123 : Durcissement expérimental lors d'un essai de traction comparé aux durcissements calculés à partir des densités de dislocations ( $\sigma_f$ ) et aux mesures de back-stress ( $\Delta\sigma$ ) par diffraction à partir de  $A_L^B$  pour la nuance FeMn1000

La combinaison des deux durcissements conduit à un durcissement à rupture de 2GPa sur la nuance FeMn1000 contre environ 1GPa expérimentalement. La surestimation du durcissement s'explique en grande partie par le durcissement calculé à partir de la densité de dislocations qui est systématiquement supérieur au durcissement expérimental.

### V.3 La microstructure des composantes de texture étudiée par diffraction des rayons X

La contrainte joue un rôle important dans la définition du niveau de l'EFE. Cependant le niveau de contrainte n'est pas le seul élément important dans l'activation du phénomène de fautes. L'orientation de la contrainte avec les systèmes de glissements est aussi fondamentale. Pour éclairer ce phénomène nous avons réalisé

des mesures sur certaines composantes de texture développées au cours de la déformation. Nous comparerons celles-ci avec les mesures moyennes présentées jusqu'à maintenant.

### V.3.1 Evolution de la texture avec le niveau de déformation en traction à température ambiante

Dans un premier temps il est nécessaire de présenter les textures développées au cours des essais de traction.

La texture de la nuance FeMn1000 a été étudiée par diffraction des rayons X dans une autre étude (Barbier *et al.*, 2006) avec un diffractomètre classique équipé d'un tube au chrome. Il apparaît que le matériau à l'état initial est très peu texturé. Les figures de pôle {100}, {110} et {111} ainsi que les fonctions de densité d'orientation pour  $\varphi=45^\circ$  (formalisme de Bunge (Bunge, 1982)) sont représentées après traction uniaxiale à rupture (figure V.124). La texture présente 4 composantes principales. Les deux plus marquées sont la composante cuivre et laiton tournée.

### V.3.1.1 Evolution de la texture avec le niveau de déformation en traction à température ambiante pour la nuance FeMn1000

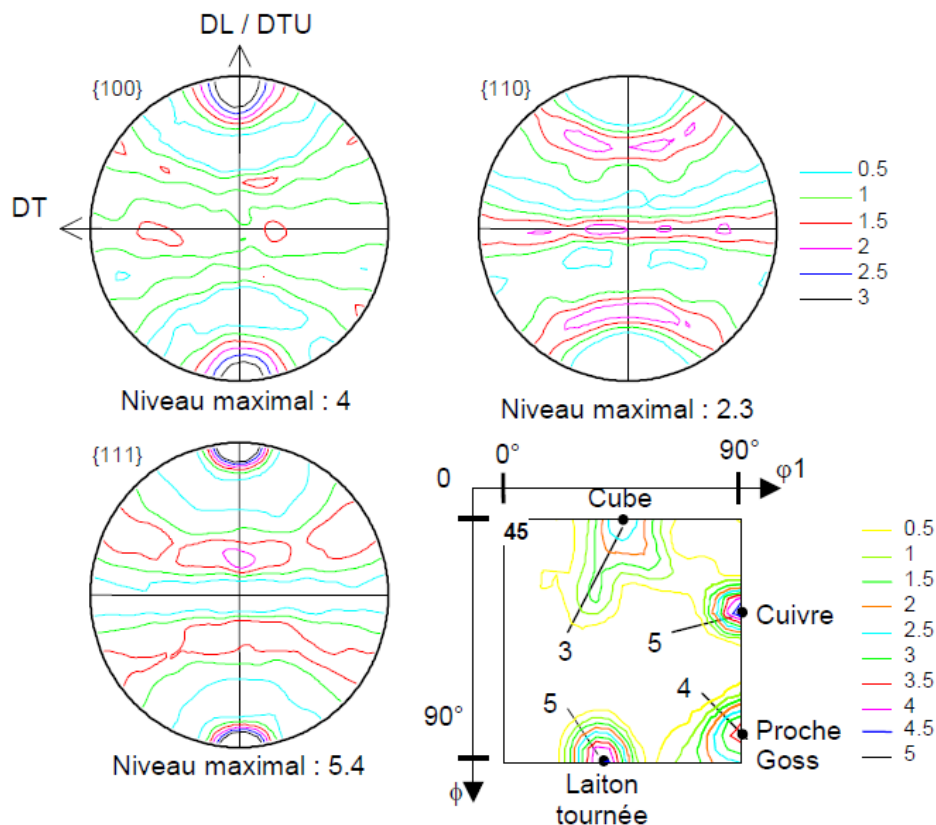


Fig. V.124 : Figures de pôles recalculées et section à  $\phi_2=45^\circ$  de la F.D.O. après déformation à rupture en traction sur la nuance FeMn1000. La direction de traction uniaxiale (DTU) correspond à la direction de laminage (DL) (Barbier *et al.*, 2006)

### V.3.1.2 Evolution de la texture avec le niveau de déformation en traction à température ambiante pour la nuance CC3

La texture d'une nuance semblable à la nuance CC3 a été déterminée en utilisant les mêmes conditions expérimentales que pour la nuance FeMn1000 (Barbier *et al.*, 2009). Cette nuance présente les mêmes teneurs en manganèse et en carbone et il s'agit, comme la nuance CC3, d'une nuance issue d'une coulée industrielle. Tout comme pour la nuance FeMn1000 la texture initiale est très peu marquée. Les figures de pôle  $\{100\}$  et  $\{111\}$  ainsi que les figures de densité d'orientation pour  $\phi=45^\circ$  (formalisme de Bunge (Bunge, 1982)) sont représentées pour les niveaux de déformation allant de 0% à 55% (figure V.125). On note l'apparition progressive de 4 composantes principales, cependant ces composantes sont légèrement différentes de celles de la nuance FeMn1000 et les deux composantes principales sont la composante cuivre tournée et laiton. Une étude de la texture développée sur la nuance

CC3 (figures V.126 a et b ) a montré que la texture de cette nuance était très semblable à celle de la nuance issue de la coulée industrielle analysée par David Barbier (Barbier *et al.*, 2009). La texture initiale est aussi peu marquée et les figures de pôles  $\{100\}$  et  $\{111\}$  sont semblables à celles de la figure V.125.

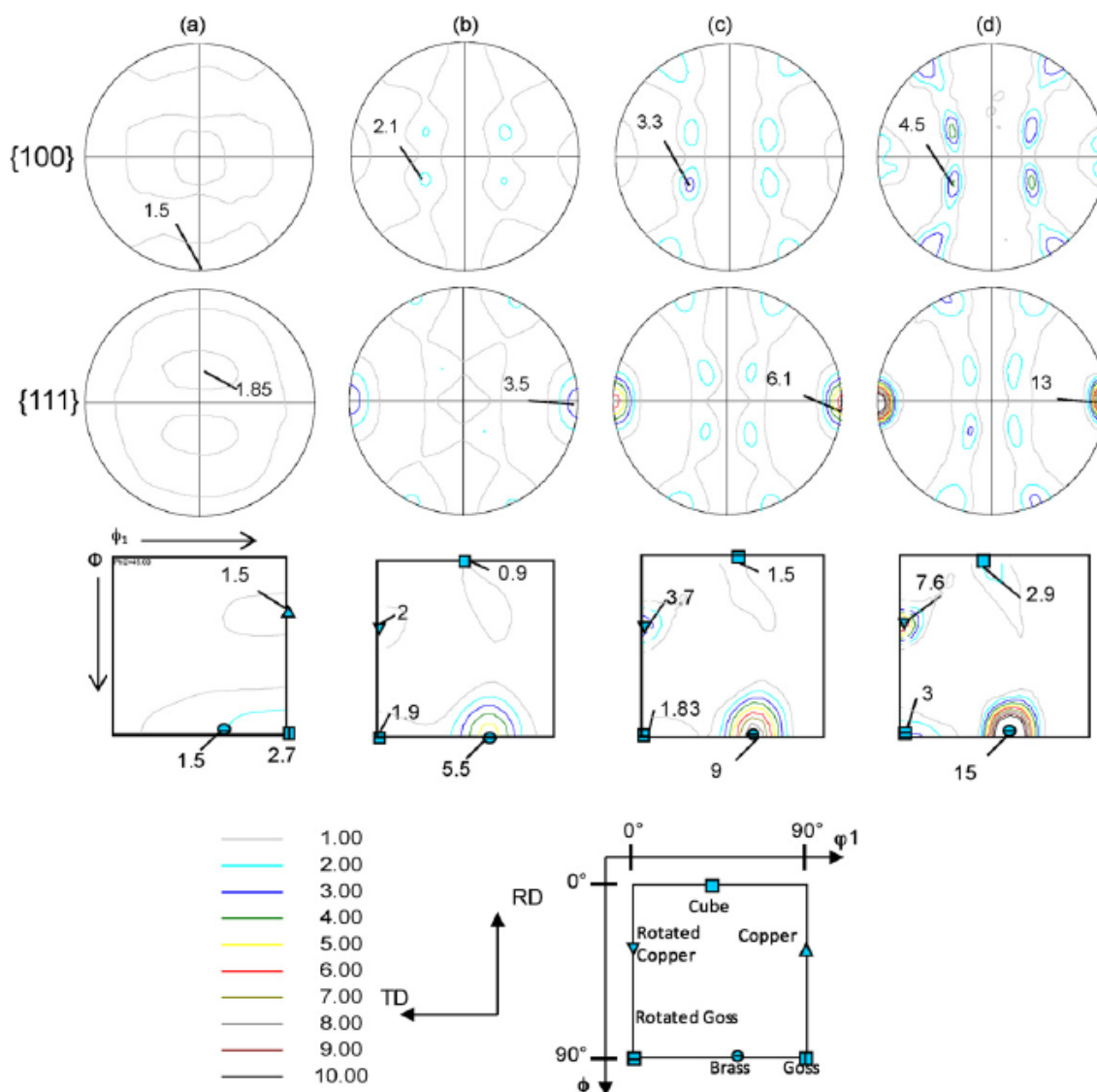


Fig. V.125 : Figures de pôle  $\{100\}$  et  $\{111\}$  mesurée en réflexion sur un diffractomètre de laboratoire avec un tube au cuivre sur une nuance Fe22Mn0.6C issue d'une coulée industrielle pour différents niveaux de déformation vraie (Barbier *et al.*, 2009). De gauche à droite 0%, 20%, 30% et 55% de déformation vraie

Afin de comparer les effets de la texture sur les modes de déformation nous allons nous attacher à comparer les mécanismes de déformation activés sur les composantes cuivre et laiton tournée avec les résultats mesurés sur les échantillons en rotation ayant pour axe la normale au plan de laminage. Les densités de dislocations, de fautes et des hétérogénéités de déformations élastiques résiduelles seront



déterminées à partir des profils des pics de diffraction et avec la méthode d'analyse des transformées de Fourier des profils (paragraphe IV.3).

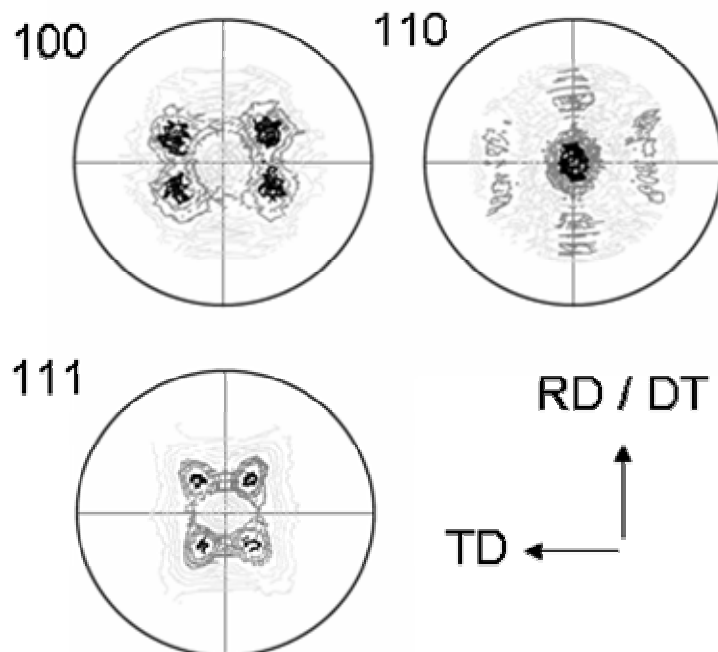


Fig. V.126 : Figures de pôle {100} , {110} et {111} mesurées en réflexion sur un diffractomètre de laboratoire avec un tube au cuivre sur la nuance CC3 déformée en traction à 20% de déformation vraie

### V.3.2 Les modes de déformation des composantes cuivre et laiton tournée des nuances CC3 et FeMn1000 après traction

Afin de comparer les modes de déformation des composantes cuivre et laiton tourné avec l'ensemble du matériau, nous avons mesuré la composante cuivre sur une raie  $\langle 111 \rangle$  de cette composante et comparé celle-ci avec la mesure sur la raie (111) de l'échantillon en rotation suivant la normale au plan de laminage. Nous avons fait de même pour la composante laiton tournée sur une raie  $\langle 200 \rangle$  avec la mesure sur la raie (200) de l'échantillon en rotation.

Il n'y a pas de différences notables de densité de dislocations, de probabilité de fautes ou d'hétérogénéités de contraintes entre les mesures moyennes sur les échantillons (mesures avec une rotation autour de la normale au plan de laminage) et les composantes cuivre et laiton tourné (tableau V.15). Ceci est vrai dans le cas de la nuance FeMn1000 où ces textures correspondent aux textures majoritaires mais aussi

dans le cas de la nuance CC3 où les textures majoritaires ne sont pas les textures cuivre et laiton tourné mais cuivre tourné et laiton (tableau V.16).

	Composante Cuivre mesurée sur <111>	Mesure sur <111> avec rotation	Composante Laiton tournée mesurée sur <200>	Mesure sur <200> avec rotation
FeMn1000				
$\rho$ (m <sup>-2</sup> )	2.6E+15	2.3E+15	3.3E+15	4.8E+15
1.5 $\alpha$ + $\beta$	0.12%	0.16%	0.25%	0.23%
$\Delta\sigma$ (Mpa)	700	900	880	720

Tab. V.15 : Calculs des différents paramètres liés à la microstructure pour la nuance FeMn1000 déformée à rupture pour les textures cuivre et laiton tourné comparés aux mesures sur l'échantillon en rotation

	Composante Cuivre mesurée sur <111>	Mesure sur <111> avec rotation	Composante Laiton tournée mesurée sur <200>	Mesure sur <200> avec rotation
CC3				
$\rho$ (m <sup>-2</sup> )	4.5E+15	5.2E+15	3E+15	4.2E+15
1.5 $\alpha$ + $\beta$	0.17%	0.20%	0.12%	0.33%
$\Delta\sigma$ (Mpa)	910	790	800	1000

Tab. V.16 : Calculs des différents paramètres liés à la microstructure pour la nuance CC3 déformée à rupture pour les textures cuivre et laiton tourné comparés aux mesures sur l'échantillon en rotation

On en conclut que les textures majoritaires présentent des mécanismes de déformation conformes à la moyenne sur le matériau. Au MET et en EBSD on observe fréquemment que certains grains ne maclent pas. Ce phénomène doit être relié d'une part à la taille du grain par rapport à celle de son entourage et d'autre part à l'orientation particulière du grain qui ne doit pas appartenir à une composante de type cuivre ou laiton.

## V.4 Conclusions

Dans ce chapitre nous avons mis en évidence une relation importante entre le back-stress et la probabilité de fautes. Ce phénomène doit s'expliquer par la nature du back-stress. Celui-ci est généré par les empilements de dislocations or plus la probabilité de joints de macles est importante, plus le nombre d'empilement de dislocations que peut stocker le matériau augmente ce qui permet d'accroître le back-stress.

On a noté une différence significative dans la mesure du back-stress à rupture pour les nuances FeMn1000 et CC3 par diffraction. Or les contraintes d'écoulement à rupture sont équivalentes pour ces nuances ce qui suggérerait que le back-stress n'aurait pas un rôle prépondérant dans la définition du niveau de la contrainte d'écoulement.

Les densités de dislocations mesurées par diffraction et par pesée différentielle suggéreraient que dans la relation  $\sigma_f = \alpha M \mu b \sqrt{\rho}$ , la constante  $\alpha$  soit égale à environ 0.1 et non pas 0.3. La différence tient au fait que la majorité des dislocations seraient dans des empilements et non au sein de la forêt de dislocations. On peut comprendre que  $\alpha$ , qui caractérise l'efficacité du durcissement des dislocations à travers la réduction du libre parcours moyen de celles-ci, soit moins grand pour des dislocations au sein d'empilements que pour des dislocations réparties aléatoirement. On remarquera que la diminution de l'efficacité du durcissement individuel des dislocations implique qu'il est nécessaire de générer plus de dislocations pour atteindre une même contrainte d'écoulement, ou présenté différemment, la déformation associée à un même niveau de contrainte est plus importante lorsque les dislocations sont stockées dans des empilements ce qui expliquerait en partie l'excellente ductilité des aciers TWIP.

Dans les cas classiques, le phénomène de back-stress est un phénomène qui sature au cours de la déformation. Or nos observations montrent un back-stress qui ne sature pas et qui peut atteindre jusqu'à près de 1GPa sur un essai de traction. De plus, la relation entre celui-ci et la probabilité de fautes suggère que le maclage apparaît comme un moteur de la génération des dislocations en plus d'être un mécanisme durcissant par réduction cinématique de la taille de grain. Le maclage permet le stockage d'importantes densités de dislocations via une multiplication des empilements de dislocations. En effet, si le nombre d'empilement de dislocations n'augmentait pas, le nombre moyen de dislocations au sein des empilements augmenterait au cours de la déformation ce qui conduirait à une saturation des contraintes en tête d'empilement et donc à une saturation du back-stress.

## Chapitre VI. Influence de la température sur les aciers Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C

Deux aspects vont être abordés dans ce chapitre. Dans un premier temps nous évaluerons l'effet d'un traitement de restauration après une pré-déformation à température ambiante sur les propriétés mécaniques, notamment la baisse de la contrainte d'écoulement et le gain de ductilité. Les changements de propriétés mécaniques seront interprétés à l'aide de mesures de densités de dislocations et de back-stress par diffraction. L'influence de la température de déformation sur les modes de déformation sera ensuite abordée de la même manière, ainsi que par des mesures de proportion de phase martensitique epsilon formée à basse température.

### VI.1 Effets de la restauration sur les aciers TWIP Fe-Mn-C

Des traitements de restauration ont été conduits sur la nuance CC3 après déformation en traction uniaxiale et des essais de diffraction ont été réalisés post mortem sur les échantillons restaurés afin de nous aider à mieux analyser les résultats des mesures par diffraction des rayons X.

Une seconde série de recuits a été réalisée après laminage à froid sur une autre nuance de composition très proche et elle aussi issue d'une coulée industrielle, la nuance CC6. On notera que la nuance CC6 est micro-alliée au Vanadium alors que ce n'est pas le cas pour la nuance CC3. La nuance CC6 a fait l'objet de l'étude de l'influence d'un traitement de restauration sur la contrainte d'écoulement et sur les gains d'allongement résiduels lors d'essais de traction menés jusqu'à la rupture. La

comparaison des résultats sur la nuance CC3 et CC6 doit permettre de mieux comprendre les mécanismes de restauration activés.

### VI.1.1 Choix des températures et des temps de recuit de la nuance CC3 après déformation

Afin de gagner en allongement à rupture sans que la baisse de la contrainte d'écoulement ne soit trop importante, les recuits doivent permettre de réduire les densités de dislocations et de fautes d'empilement sans réduire la densité de macles. Il convient de se placer à la limite de la recristallisation car les joints de macles sont stables jusqu'à celle-ci. Néanmoins il est nécessaire de ne pas former de cémentite afin de ne pas fragiliser le matériau. La formation de cémentite au niveau des joints de grain est en effet une importante source de fragilité.

Les recuits ont été réalisés en bain de sel. Le temps et la température de recuits sur cette nuance ont été choisis en se basant sur les rapports de stage de Vincent Schmitt (Schmitt, 2004), pour la formation de cémentite, et de Stéphanie Beurrot (Beurrot, 2006) pour la recristallisation, de façon à avoir une restauration importante et peu ou pas de recristallisation sans formation de cémentite.

Le premier recuit a été réalisé à 500°C pendant 1000s (soit environ 17 minutes). La dureté a légèrement diminué par rapport à l'échantillon non recuit ce qui signifie que l'on a bien eu une restauration. Il est possible que les états fortement déformés présentent une faible recristallisation.

Le deuxième recuit a été réalisé à 450°C pendant 3000s (soit 50 minutes). Il n'y a pas de variation significative de la dureté par rapport à l'échantillon non recuit. On ne doit donc pas avoir de recristallisation mais la restauration est sans doute plus faible.

Nuance CC3	Non recuit	Recuit à 500° pendant 1000s	Recuit à 450° pendant 3000s
True strain	HV	HV	HV
0%	259	244	
5%	288		288
10%	355,5	341	347
15%	382		386
20%	418	400	407
35%	471	471	460
48%	517	492.5	504

Tab. VI.17 : Mesures de dureté Vickers (500g/5s)

Les mesures des profils de raies de diffraction indiquent clairement que l'on a un effet de restauration non négligeable. On constate une réduction de la largeur à mi-hauteur, un déplacement du pic (vers la position du pic de l'échantillon non déformé) et une réduction de l'asymétrie (pied du pic). Malgré les faibles variations de la dureté Vickers on constate des modifications des profils des pics de diffraction ce qui implique une modification de l'arrangement ou des densités des défauts cristallins dans les échantillons.

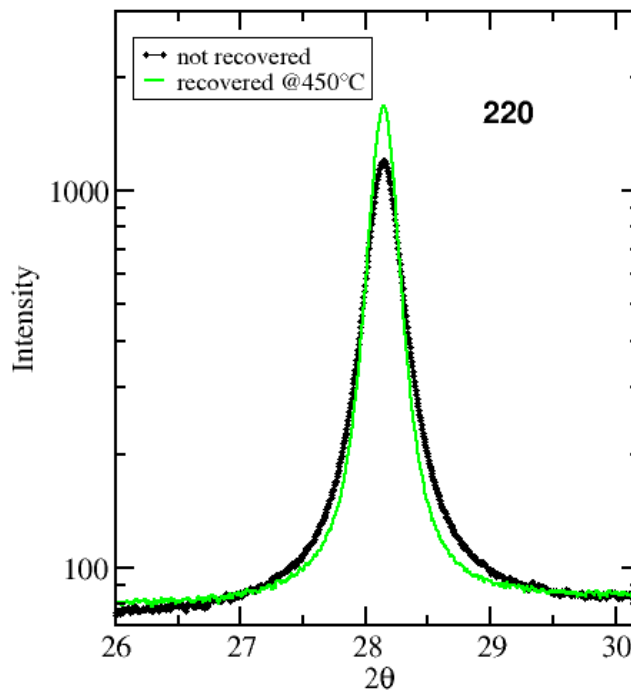


Fig. VI.127 : Diagrammes de diffraction superposés du pic (220) de la nuance CC3 à rupture avant et après un recuit de restauration de 50 minutes à 450°C

### VI.1.2 Evolution de la contrainte d'écoulement et de l'allongement à rupture avec un recuit de restauration sur la nuance CC6

Cette série de recuits a été conduite de manière à explorer plus en détail les températures et les temps de recuit afin de mettre en évidence les domaines qui pourraient permettre de créer un nouveau produit à partir de la nuance industrielle ayant à la fois un allongement important pour absorber l'énergie cinétique lors d'un crash automobile et une limite élastique élevée pour réduire l'épaisseur de tôle nécessaire à la tenue en service pour alléger le véhicule. Cette étude a été conduite sur la nuance CC6 après laminage à froid mais cette nuance est tout à fait comparable à la nuance CC3.

### VI.1.2.1 Nuances analysées

Des essais de restauration ont été réalisés sur la nuance CC6 après trois niveaux de laminage à froid (25%, 50% et 70%) et pour trois températures de recuit (450°C, 500°C et 550°C). On s'intéressera ici à l'évolution de  $\sigma_{0,2}$  en fonction des différents paramètres. Les résultats des essais de tractions menés avant et après recuit sont fournis en annexe D.

### VI.1.2.2 Résultats

Seuls les essais conduits sur les tôles laminés à 25% seront présentés ici. Le recuit à 550°C (figure VI.128) montre que le gain d'allongement est assez considérable et ce même pour les temps de recuit très court (de l'ordre de 12 à 15%). L'allongement résiduel augmente avec le temps de recuit jusqu'à 20 minutes. Pour un recuit d'une heure l'allongement diminue. Ce phénomène est lié à l'apparition de cémentite aux joints de grain qui fragilise l'acier. La contrainte d'écoulement elle diminue de façon constante avec le temps de restauration, la diminution de contrainte d'écoulement mesurée à partir des  $\sigma_{0,2}$  est de l'ordre de 50 à 150MPa.

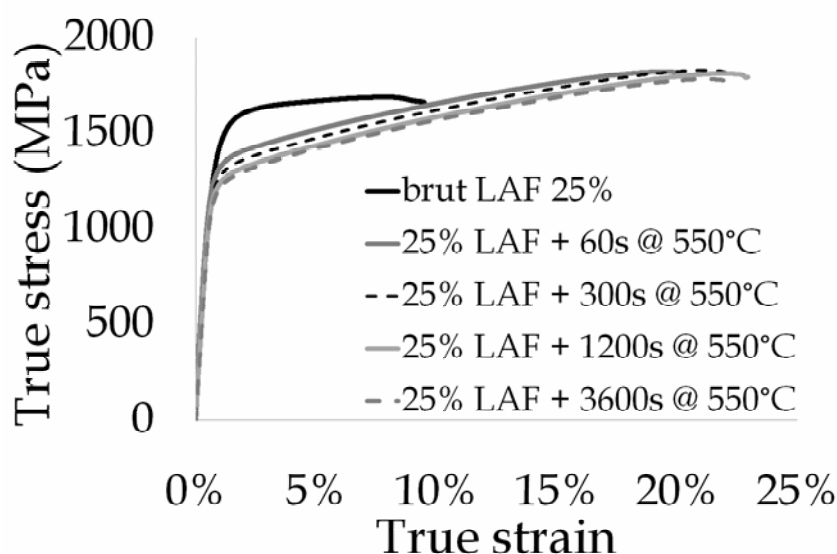


Fig. VI.128 : Essais de traction sur CC6 laminé à froid pour un taux de réduction de 25% avant et après traitement de restauration à 550°C pour différents temps de recuit

Si on compare maintenant les gains d'allongements et les diminutions des contraintes d'écoulement pour des recuits de 20 minutes mais pour différentes températures (figure VI.129) on constate que l'allongement à rupture augmente avec la

température de recuit mais que la contrainte d'écoulement, estimée à partir de  $\sigma_{0,2}$ , diminue également avec celle-ci.

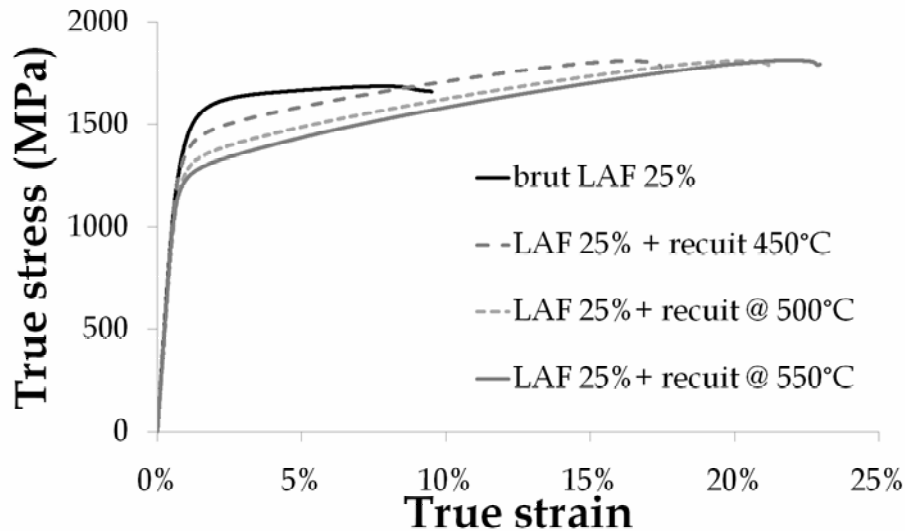


Fig. VI.129 : Essais de traction sur CC6 laminé à froid pour un taux de réduction de 25% avant et après traitement de restauration de 20 minutes pour différentes températures de recuit

### VI.1.2.3 Conclusions

Les gains d'allongements sont assez importants (de l'ordre de 7 à 15%) alors que la contrainte d'écoulement diminue d'une centaine de MPa. On peut considérer les traitements de restauration comme un moyen de définir assez facilement la contrainte d'écoulement et l'allongement en fonction du besoin industriel. Malheureusement le traitement de restauration s'accompagne d'une très forte détérioration de la planéité de la tôle.

### VI.1.3 Evolutions des paramètres microstructuraux mesurés par diffraction X sur la nuance CC3 avec la restauration

Afin de comprendre les modifications de la contrainte d'écoulement et de l'allongement à rupture, mesurés par essais de traction, avec la restauration nous allons présenter les résultats de l'analyse par diffraction de la nuance CC3. Dans la suite on considérera que les traitements de restauration de 1000s sur la CC3 sont comparables aux traitements de 20 minutes sur la CC6. Les mesures de  $\sigma_{0,2}$  après un laminage à froid avec un taux de réduction de 25% montrent que la contrainte d'écoulement est de 1350MPa. Dans un essai de traction classique cette contrainte est atteinte pour une déformation vraie de 32%. On s'attachera donc en particulier à relier



les résultats des recuits sur la nuance CC6 après laminage à froid de 25% avec ceux conduit sur la nuance CC3 pour 32% de déformation vraie en traction.

Les données des rayons X ont été analysées comme dans le chapitre précédent, c'est-à-dire par analyse des profils de raies en prenant en compte le back-stress. Les trois grandeurs issues de cette analyse sont présentées dans les figures VI.130, VI.131 et VI.128.

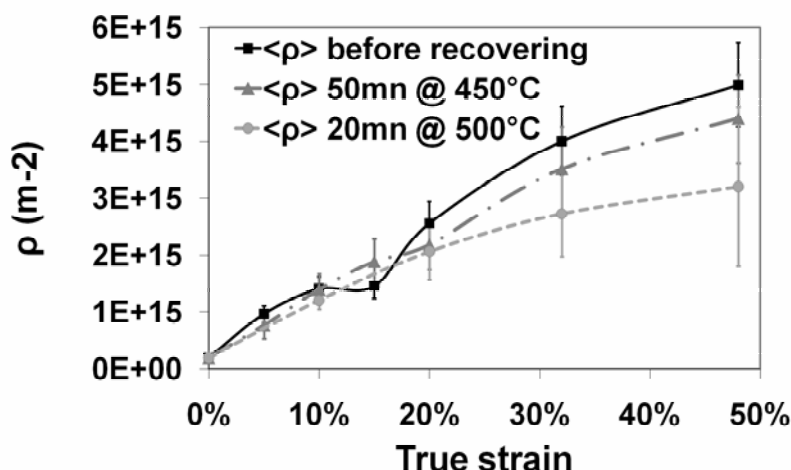


Fig. VI.130 : Evolution de la densité de dislocations avec la déformation pour la nuance CC3 avant et après recuit de 50 minutes à 450°C ou de 20 minutes à 500°C

En examinant la densité de dislocations, on constate une différence notable entre le traitement de restauration de 50 minutes à 450°C avec celui de 20 minutes à 500°C (figure VI.130). Dans le premier cas l'annihilation des dislocations n'est pas ou peu activé alors que dans le second le mécanisme est activé.

$\epsilon$ (tensile)	CC3 $\langle \rho \rangle$ before recovering	CC3 $\langle \rho \rangle$ after 50mn @ 450°C	CC3 $\langle \rho \rangle$ after 20mn @ 500°C
0%	1.9E+14		
5%	1.0E+15	7.6E+14	
10%	1.4E+15	1.4E+15	1.2E+15
15%	1.5E+15	1.9E+15	
20%	2.6E+15	2.2E+15	2.1E+15
32%	4.0E+15	3.5E+15	2.7E+15
45%	5.0E+15	4.4E+15	3.2E+15

Tab. VI.18 : Evolution de la densité de dislocations avec la déformation pour la nuance CC3 avant et après recuit de 50 minutes à 450°C ou de 20 minutes à 500°C

Après une déformation en traction uniaxiale de 32% vraie, la densité de dislocations mesurée sur la nuance CC3 avant recuit est de  $4.0 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$  (tableau VI.18) et la contrainte d'écoulement, mesurée à partir des essais de traction, est de 1350MPa. Après 50 minutes à 450°C la densité de dislocations  $\rho$  est de  $3.5 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$ , soit une baisse calculée de la contrainte d'écoulement de  $\delta\sigma$  60MPa (avec  $\delta\sigma = \alpha M \mu b \Delta(\sqrt{\rho})$ , et  $\alpha = 0.3$ ).

Par comparaison sur la nuance CC6 après un laminage avec un taux de réduction de 25% et un recuit d'une heure à 450°C,  $\sigma_{0.2}$  mesuré est de 1350MPa avant recuit (comme en traction pour 32% de déformation vraie) et de 1285MPa après un recuit de 1h à 450°C soit une baisse expérimentale de la contrainte d'écoulement  $\delta\sigma$  de 65MPa.

Dans le cas du recuit à 500°C pendant 17 minutes pour les mêmes niveaux de déformation que précédemment les mesures sur la nuance CC3 indiquent une densité de dislocations de  $2.7 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$ , soit une baisse calculée de la contrainte d'écoulement de 165MPa.

Sur la nuance CC6 pour un recuit de 20 minutes à 500°C la baisse expérimentale de la contrainte d'écoulement est de 130MPa.

La densité de dislocations mesurée sur la nuance CC3 est de  $2.7 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$  et est équivalente à celle d'un échantillon déformé de 20% en traction. Si le gain d'allongement correspond à une diminution de la densité de dislocations il doit être de l'ordre de 32%-20% soit 12%, ce qui est effectivement observé expérimentalement pour la nuance CC6 laminée à 25% et recuite 20 minutes à 500°C (figure VI.125). La baisse de la densité de dislocations explique ainsi à la fois le gain d'allongement et la baisse de la contrainte d'écoulement.

Les mesures de back-stress réalisées à partir des profils de raies de diffraction (figure VI.131) indiquent une très forte baisse de ce phénomène. A 32% de déformation vraie en traction sur la CC3 après un recuit de 17 minutes il diminue de 380MPa et de 430MPa (tableau VI.19) pour des températures de recuit de 450 et 500°C respectivement ce qui est bien supérieur aux baisses respectives des contraintes d'écoulement mesurées sur la CC6. On a vu que les densités de dislocations calculées par diffraction des rayons X permettent de bien quantifier la baisse de la contrainte d'écoulement. Cela nous amène à revoir le modèle du durcissement induit par le maillage.

En effet, on a considéré que le maillage induisait un écrouissage cinématique à travers un effet de back-stress  $\Delta\sigma$ . Or, on mesure une très forte diminution de ce back-stress sans que la contrainte d'écoulement ne diminue sensiblement. Nos résultats nous amène donc à penser que le phénomène de back-stress dans les TWIP

ne correspond pas, ou correspond peu, à un phénomène d'écroissage cinématique. De plus si nos mesures montrent bien une corrélation entre le maillage et le back-stress (figures V.121 et V.122), le durcissement induit par le maillage ne correspond pas au back-stress.

Ce résultat important demanderait à être confirmé par une mesure directe de l'effet Bauschinger avant et après un traitement de recuit.

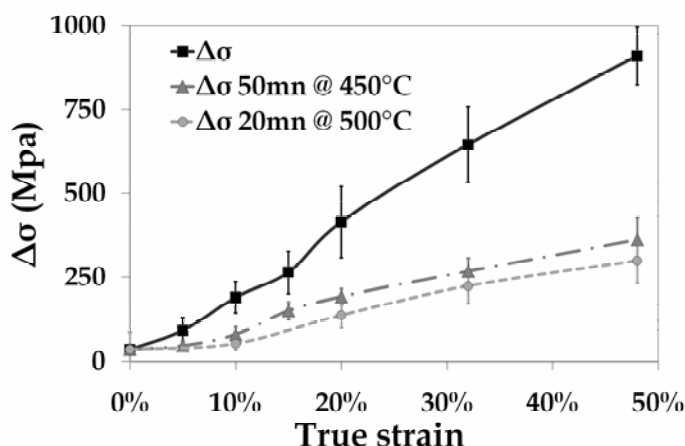


Fig. VI.131 : Evolution des contraintes induites par les hétérogénéités de déformation élastiques,  $\Delta\sigma$ , calculé à partir des raies (111), (200), (220), (222) et (400) avec  $\Delta\sigma = \frac{Z \langle E_{hkl} \rangle}{\pi S}$  avec la déformation pour la nuance CC3 avant et après recuit de 50 minutes à 450°C ou de 20 minutes à 500°C

$\varepsilon$ (tensile)	CC3 $\Delta\sigma$ before recovering	CC3 $\Delta\sigma$ after 50mn @ 450°C	CC3 $\Delta\sigma$ after 20mn @ 500°C
0%	36	36	36
5%	92	47	
10%	190	77	51
15%	266	147	
20%	415	193	134
32%	645	264	216
45%	910	359	292

Tab. VI.19 : Evolution des contraintes induites par les hétérogénéités de déformation élastiques,  $\Delta\sigma$ , calculé à partir des raies (111), (200), (220), (222) et (400) avec  $\Delta\sigma = \frac{Z \langle E_{hkl} \rangle}{\pi S}$  avec la déformation pour la nuance CC3 avant et après recuit de 50 minutes à 450°C ou de 20 minutes à 500°C

La baisse du back-stress s'accompagne d'une augmentation de l'EFE effective et donc d'une réduction de la probabilité de fautes d'empilements visible sur la mesure de la probabilité de fautes (figure VI.132). La comparaison entre les figures VI.131 et VI.132 montre une forte corrélation entre les deux phénomènes.

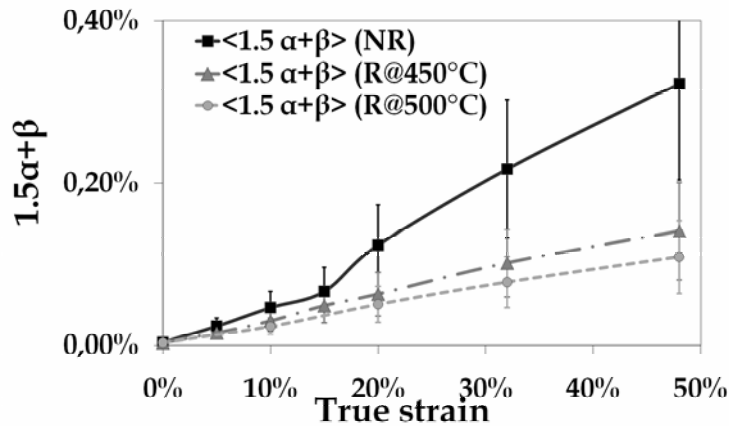


Fig. VI.132 : Evolution des probabilités de fautes  $1.5\alpha+\beta$  avec la déformation pour la nuance CC3 avant et après recuit de 50 minutes à  $450^{\circ}\text{C}$  ou de 17 minutes à  $500^{\circ}\text{C}$

Comme les macles sont stables jusqu'à une température proche de la température de recristallisation et que la probabilité de fautes d'empilement diminue avec le back-stress, les mesures de probabilité de fautes après recuit correspondent à une valeur haute des densités de joints de macles.

On peut ainsi affirmer qu'à rupture la probabilité de joints de macles  $\beta$  est inférieure à 0.11%. Si on suppose que les joints de macle sont répartis de manière régulière sur un système dans tous les grains, on trouve une distance moyenne entre joints de macles de :

$$d_m = \frac{d_{111}}{\beta}, \quad d_{111} \text{ est la distance entre deux plans (111) soit environ } 0.2\text{nm. D'où}$$

$$d_m \approx \frac{0.2}{\beta} \text{ (en nm) soit à rupture pour la nuance CC3 : } d_m > 180\text{nm.}$$

Le libre parcours moyen des dislocations avec cette probabilité de joints de macles est  $\frac{d_m}{\cos 70.5^{\circ}} > 580\text{nm}$ .

#### VI.1.4 Conclusions

Les essais de restauration sur les aciers de la nuance Fe22Mn0.6C ont permis de mettre en évidence deux mécanismes physiques de la restauration qui ont chacun leur propre énergie d'activation, la baisse du back-stress et la baisse de la densité de

dislocations. A 450°C la densité de dislocations n'évolue que très lentement, pourtant la baisse du back-stress est activée. Cela suppose une réorganisation des dislocations au niveau des empilements avec un mécanisme de type polygonisation. A 500°C l'annihilation des dislocations est à son tour activée mais le back-stress ne diminue pas plus qu'à 450°C.

La baisse du back-stress comparée à la baisse de la contrainte d'écoulement implique que seule une faible part du back-stress intervient réellement dans le mécanisme d'écrouissage. De plus, l'augmentation de la contrainte d'écoulement liée au maillage ne se fait pas au travers d'un phénomène de back-stress mais doit plutôt être vu comme une réduction cinématique de la taille de grain.

Les forts gains en allongement à rupture entre les états laminés à froid et les états laminés à froid et restaurés ne sont possibles que pour les températures élevées ou des traitements plus longs et à plus faibles températures pour atteindre le domaine en temps / température où l'annihilation des dislocations se produit. Malheureusement ces zones semblent aussi correspondre à l'apparition de la cémentite qui a un effet contraire sur l'allongement à rupture. Afin de limiter l'effet néfaste de la cémentite il est sans doute nécessaire de travailler sur une composition présentant une cinétique plus lente de formation de la cémentite et donc à teneur plus faible en carbone.

## **VI.2 Influence de la température de déformation sur les modes de déformation d'un acier Fe22Mn0.6C**

Après avoir considéré l'effet d'un recuit sur les propriétés mécaniques en liaison avec la microstructure (déterminée par analyse des profils de raie de diffraction), nous allons étudier les mécanismes de déformation à différentes températures. Dans la suite nous utiliserons des échantillons de la thèse de Sébastien Allain, celui-ci ayant réalisé des essais de traction à différentes températures allant de 77K (déformation à température de l'azote liquide) jusqu'à 400°C (figure VI.133).

Sur ces essais il se dégage deux éléments : la contrainte à rupture diminue lorsque la température augmente et l'optimum d'allongement se situe autour de la température ambiante. Ces éléments s'expliquent principalement par l'évolution de l'EFE avec la température. A basse température l'EFE est très basse et la déformation est assurée par la transformation martensitique induite par la plasticité. A haute température l'EFE est élevée et la plasticité est assurée par le glissement dévié des dislocations. A température ambiante, pour l'optimum de ductilité, l'EFE est d'environ 20mJ.m<sup>-2</sup> et les deux principaux modes de déformation activés sont le glissement planaire des dislocations et le maillage.

Nous aborderons cette partie en deux temps. Nous considérerons la transformation martensitique induite par la plasticité à 77, et 163K ainsi qu'à température ambiante via le calcul de la fraction de martensite dans l'austénite. Ensuite nous déterminerons la probabilité de fautes, le back-stress et la densité de dislocations par diffraction selon la méthode développée dans ce mémoire pour les températures de 77K, 163K, 298K, 473K et 673K.

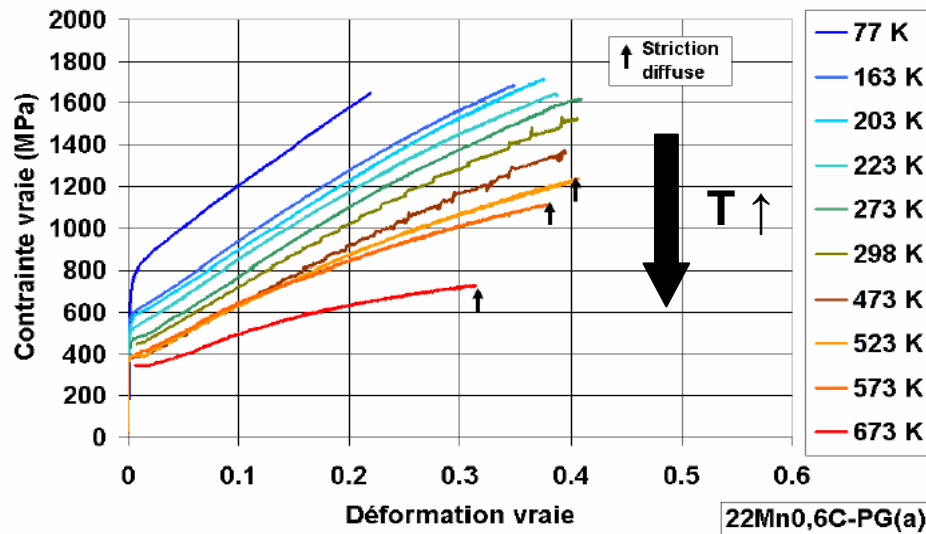


Fig. VI.133 : Essais de traction jusqu' à la rupture sur FeMn1000 à différentes températures

En plus des mécanismes de déformation par dislocations et maclage, on peut faire apparaître au cours de la déformation une fraction de phase de martensite  $\epsilon$  ou  $\alpha'$ .

Dans le cas des nuances à teneur moyenne en manganèse et en carbone comme la nuance Fe17Mn0.4C (référence Arcelor 1638A3), bien que la phase martensitique  $\epsilon$  ne se forme pas après trempe, la présence de martensite  $\epsilon$  est attestée après déformation à chaud (figure VI.134). Pour des déformations à froid on peut noter que la présence conjointe de martensite  $\alpha'$  et  $\epsilon$  est attestée (digrammes p1 et p5 de la figure VI.134).

Il est possible par une étude des intensités diffractées de calculer les proportions de chaque phase dans l'échantillon (dans notre cas l'austénite et les martensites  $\alpha'$  et  $\epsilon$ ). Comme dans la nuance Fe22Mn0.6C la martensite  $\alpha'$  ne se forme pas, même avec une déformation réalisée à 77K, le problème se limitera à la détermination des proportions de la phase austénitique et martensitique  $\epsilon$ .

### VI.2.1.1 Mesures de la teneur en martensite epsilon en fonction de la température de déformation

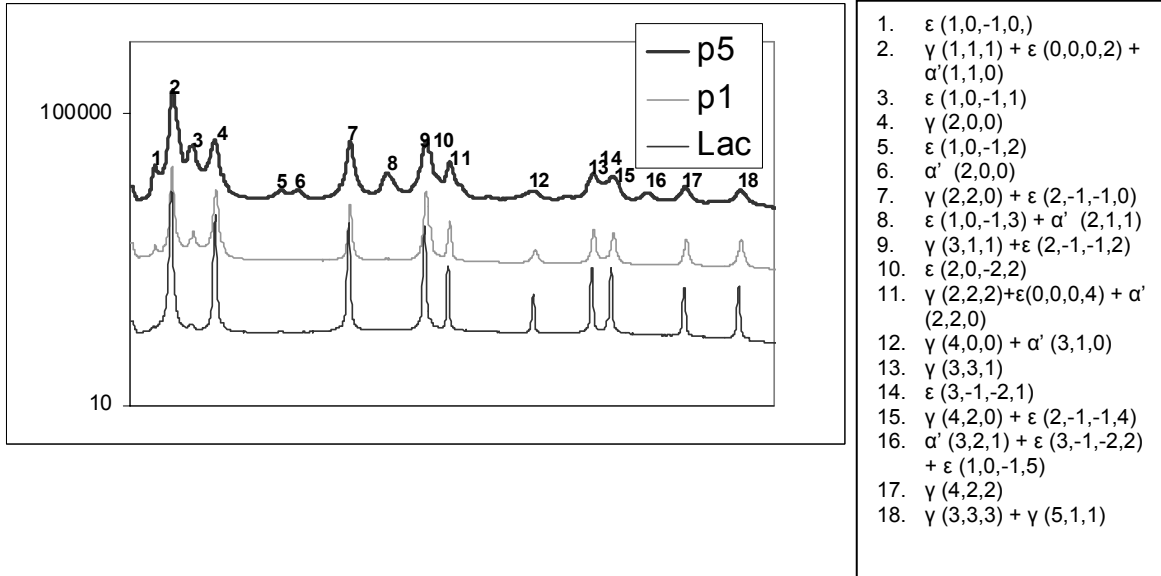


Fig. VI.134 : Spectre en échelle log des échantillons d'une nuance Fe17Mn0.4C pour une passe de laminage à chaud (600°C) P1, une passe de laminage à froid (30°C) et 5 passes de laminages à froid (30°C) P5. Chaque passe de laminage à froid correspond à un taux de réduction d'environ 6.5%

#### VI.2.1.1.1 Méthodologie

L'intensité des rayons X diffractée est proportionnelle à la quantité de matière en position de Bragg. Il en résulte que dans un matériau multiphasé l'intensité diffractée correspondant à une phase est proportionnelle à la fraction volumique de celle-ci. Il est en théorie très simple de calculer la proportion de chaque phase d'un matériau en comparant les intensités intégrées des pics de diffraction. Cette intensité s'exprime avec la relation suivante :

$$I_{\varphi}^{hkl} \propto T_{\varphi}^{hkl} R_{\varphi}^{hkl} V_{\varphi} I_0$$

Où  $I_0$  est l'intensité du faisceau direct,  $V_{\varphi}$  est le volume de la phase  $\varphi$ ,  $R_{\varphi}^{hkl}$  est l'intensité nominale qui dépend de la cristallographie de la phase  $\varphi$ ,  $T_{\varphi}^{hkl}$  est un facteur lié à la texture (si le matériau est non texturé  $T_{\varphi}^{hkl} = 1$ ),

Avec :

$$R_{\varphi}^{hkl} = \frac{1}{v^2} |FF^*| \cdot p \cdot L \cdot P \cdot e^{-2M}$$

avec  $v$  le volume de la maille de la phase  $\varphi$ ,  $|FF^*|$

produit du facteur de structure hkl multiplié par son conjugué, p multiplicité des plans, L facteur de Lorentz, P le facteur de polarisation (pour le rayonnement synchrotron dans

notre géométrie  $P = 1$ ),  $e^{-2M}$  le facteur de Debye-Waller (agitation thermique des atomes).

On détermine le rapport entre les volumes des phases  $\gamma$  et  $\varepsilon$  avec :

$$\frac{V_\varepsilon}{V_\gamma} = \frac{I_\varepsilon^{hkl} T_\gamma^{hkl} R_\gamma^{hkl}}{I_\gamma^{hkl} T_\varepsilon^{hkl} R_\varepsilon^{hkl}}$$

Et de plus  $V_\varepsilon + V_\gamma = 1$

### VI.2.1.1.2 Résultats

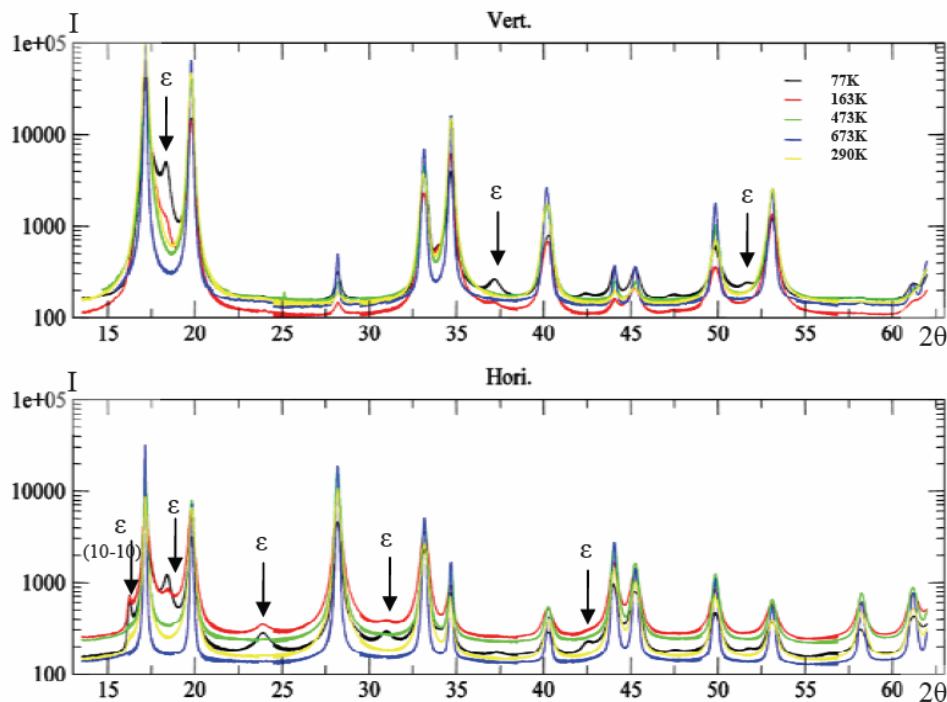


Fig. VI.135 : Diagrammes de diffraction de la nuance FeMn1000 pour différentes températures de déformation et pour les positions verticales (plans diffractant normaux à la direction de traction) et horizontales (plans diffractant suivant la direction de traction et perpendiculaires aux plans de laminage) de l'échantillon à rupture

La difficulté de la détermination précise des proportions de phase est liée à la texture développée au cours de la mise en forme. Sur la figure VI.135 on constate que la phase  $\varepsilon$  est très fortement texturée. Selon l'orientation de l'échantillon, lorsque celui-ci est fixe, certaines raies sont éteintes alors qu'elles peuvent être présentes sur des diagrammes pris dans une autre orientation d'échantillon. Afin de minimiser les effets de textures des mesures, comme pour les mesures des effets de tailles et de distorsion, les mesures ont été réalisées avec une rotation permanente de l'échantillon.



On considère alors que  $T_{\phi}^{hkl} = 1$ , c'est-à-dire que l'on négligera les effets de texture.

Conformément aux attentes la transformation austénite / martensite induite lors de la déformation devient de plus en plus intense au fur et à mesure que la température de déformation décroît. Ceci est lié au fait que l'énergie de faute d'empilement décroît pour ces aciers avec la température.

Température de déformation	Proportion de phase $\epsilon$
77K FeMn1000	10%±5%
163K FeMn 1000	1%±0.5%
Ambiante FeMn1000	0.25%±0.2%
Ambiante CC3	0.2%±0.2%

Tab. VI.20 : Proportions de phase epsilon pour les échantillons de la nuance FeMn1000 déformés à froid jusqu'à la rupture et pour les échantillons des nuances FeMn1000 et CC3 déformés à température ambiante jusqu'à rupture. L'intensité diffractée de la phase epsilon est mesurée à partir des raies  $\epsilon(10-10)$ ,  $\epsilon(20-20)$  et  $\epsilon(3-1-20)$

A température ambiante on constate sur les deux nuances un épaulement à gauche du pic  $\gamma(1,1,1)$  sur la position correspondant à  $\epsilon(1,0,-1,0)$  (figure VI.136).

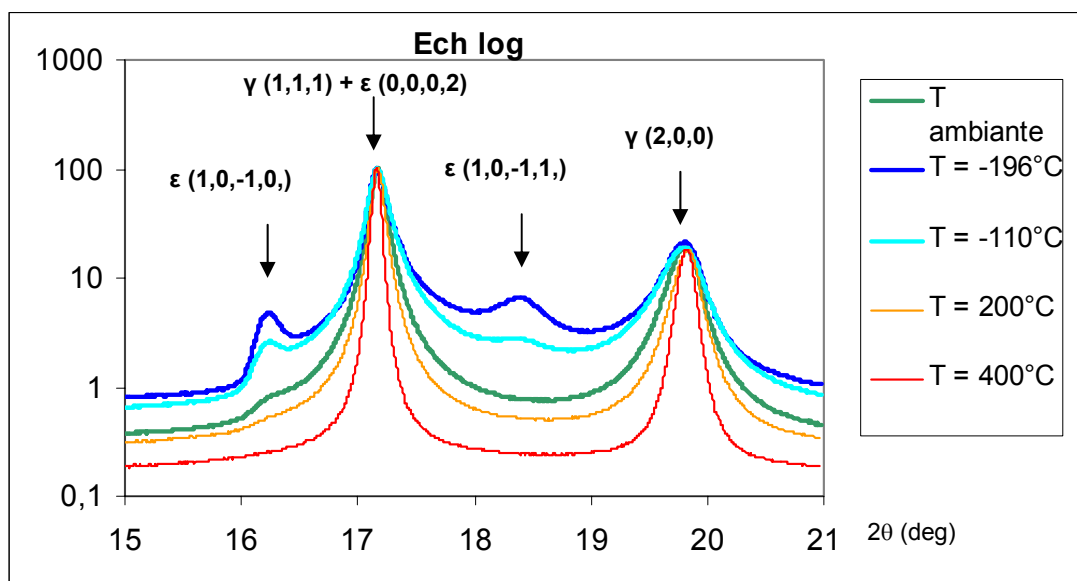


Fig. VI.136 : Diagrammes de diffraction d'échantillons en rotation de la nuance FeMn1000 pour différentes températures de déformation, l'intensité est représentée en échelle logarithmique

L'apparition de martensite  $\epsilon$ , pour la déformation à rupture à température ambiante, concorde avec les mesures de probabilités de fautes d'empilement réalisées à partir des déplacements des pics (figure IV.73). On avait alors observé que la

probabilité de fautes d'empilement saturait à rupture et que ce phénomène était relié à l'augmentation de la probabilité de fautes d'empilement extrinsèques (paragraphe IV.1.4.2.2). Cette augmentation de la probabilité de fautes d'empilement extrinsèques est conforme aux observations sur la nature extrinsèque des fautes d'empilement reliées à l'apparition de la phase martensitique  $\epsilon$  (Idrissi *et al.*, submitted).

Dans l'échantillon déformé à rupture à 77 K, la phase martensitique  $\epsilon$  représente environ 10% du volume total de l'échantillon (tableau VI.20) alors qu'à 163K à rupture cette phase ne représente que 1%. Si on compare ces résultats aux propriétés mécaniques mesurées sur l'essai de traction (figure VI.133) on peut supposer que la phase martensitique  $\epsilon$  bien qu'ayant un important effet durcissant fragilise considérablement le matériau.

On ne peut cependant pas conclure avec certitude sur ce point tant que l'on n'a pas mesuré les paramètres tels que les probabilités de fautes et de dislocations. La mesure du back-stress dans des aciers présentant une forte proportion de phase  $\epsilon$  peut aussi apporter des informations importantes sur le caractère fragilisant de cette phase.

### VI.2.1.2 Les mécanismes de durcissement structuraux de la nuance Fe22Mn0.6C déformée à différentes températures

La probabilité de fautes, le back-stress et la densité de dislocations ont été déterminés par analyse des profils de transformées de Fourier des pics de diffraction selon la méthode développée dans ce mémoire.

Ces paramètres ont été mesurés pour des échantillons de la nuance FeMn1000 déformés jusqu'à la rupture en traction à des températures de 77K, 163K, 298K, 473K et 673K. Les résultats sont donnés dans le tableau VI.21.

Deformation temperature	$\langle \rho \rangle$	$\Delta\sigma$ (Mpa)	$\langle 1.5 \alpha + \beta \rangle$
77K	3.5E+15	1046	0.31%
163K	7.4E+15	1118	0.54%
298K	5.3E+15	718	0.26%
473K	4.0E+15	494	0.16%
673K	2.2E+15	101	0.05%

Tab. VI.21 : Synthèse des résultats du calcul des probabilités de fautes et de dislocations ainsi que du calcul du back-stress par diffraction à partir d'échantillons de la nuance FeMn1000 déformés jusqu'à la rupture en traction à différentes températures

On observe clairement, sur la figure VI.137, que la densité de dislocations diminue avec la température de déformation. Cela confirme que le maclage et la transformation martensitique sont deux mécanismes qui permettent un stockage important de dislocations. Les observations de  $m$  permettent de dégager deux domaines. Celui des basses et moyennes températures et celui des hautes températures. Dans le premier cas  $m$  a une valeur constante et environ égale à 0.5, ce qui semble caractéristique du glissement planaire. Pour les plus hautes températures  $m$  augmente mais reste inférieur à 1. Cela signifie que la répartition des dislocations n'y est pas aléatoire et que le glissement dévié n'est pas encore complètement activé. On doit relier ces observations aux valeurs de l'EFE. Ces deux domaines correspondent en fait à deux domaines de l'EFE. A basse température l'EFE est suffisamment faible pour que la dissociation des dislocations parfaites soit importante et inhibe complètement le glissement dévié. A plus haute température le glissement dévié est activé mécaniquement.

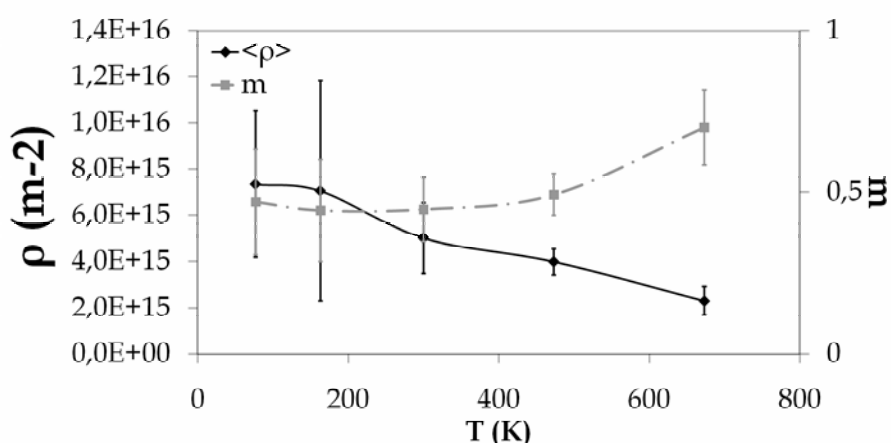


Fig. VI.137 : Evolution de la densité de dislocations ainsi que du paramètre  $m$  caractéristique de l'arrangement des dislocations, calculés par diffraction, avec la déformation pour la nuance FeMn1000 sur des échantillons déformés à rupture par traction à différentes températures

Le calcul du back-stress pour différentes températures et sa comparaison avec la probabilité de fautes (figure VI.138) confirme la très forte corrélation entre les deux phénomènes. La baisse progressive du back-stress entre 163K et 673K est clairement reliée à la probabilité de fautes. C'est donc bien la multiplication des obstacles forts aux dislocations qui permet la multiplication du nombre d'empilements de dislocations et provoque l'augmentation du phénomène de back-stress.

On observe, à basse température, que le back-stress sature vers 1.1GPa. On peut supposer que cette valeur correspond à une limite au-delà de laquelle il y a rupture du matériau. Le très fort back-stress, combiné à la présence de défauts microstructuraux, comme des précipités MnS, pourrait alors expliquer la rupture

prématurée qui est parfois observée à basse température (ALLAIN, 2004) alors qu'à température ambiante, ou à des températures supérieures ce back-stress est insuffisant et le critère de Considère est alors toujours vérifié.

A 673K on observe une faible probabilité de fautes et un faible back-stress. On doit conclure que le glissement dévié des dislocations n'est pas un mécanisme prépondérant à cette température et ce même à rupture. Ces mesures sont confirmées par les observations MET (ALLAIN, 2004) dans lesquels aucune structure de type cellule de dislocations n'a été observée, même sur des échantillons déformés à rupture en traction. Par contre la présence de bandes de glissement a été signalée ce qui confirme la forte contribution du glissement planaire des dislocations à cette température. La densité de dislocations mesurée par diffraction pour l'échantillon déformé à 673K est de  $2.2 \cdot 10^{15} \text{m}^{-2}$  et elle correspond à un durcissement de 680MPa (selon la relation  $\sigma_f = \alpha M \mu b \sqrt{\rho}$ , et avec une constante  $\alpha$  égale à 0.3). Expérimentalement la contrainte d'écoulement à rupture est de 720MPa à laquelle on doit soustraire les 310MPa de limite élastique soit 410MPa. On trouve donc expérimentalement un durcissement des dislocations 1.6 fois trop élevé. Ce résultat reste cependant en accord avec la baisse de l'efficacité du durcissement des dislocations observé dans le stade IV de la déformation des CFC (Schafner *et al.*, 2005) (Groma & Székely, 2006).

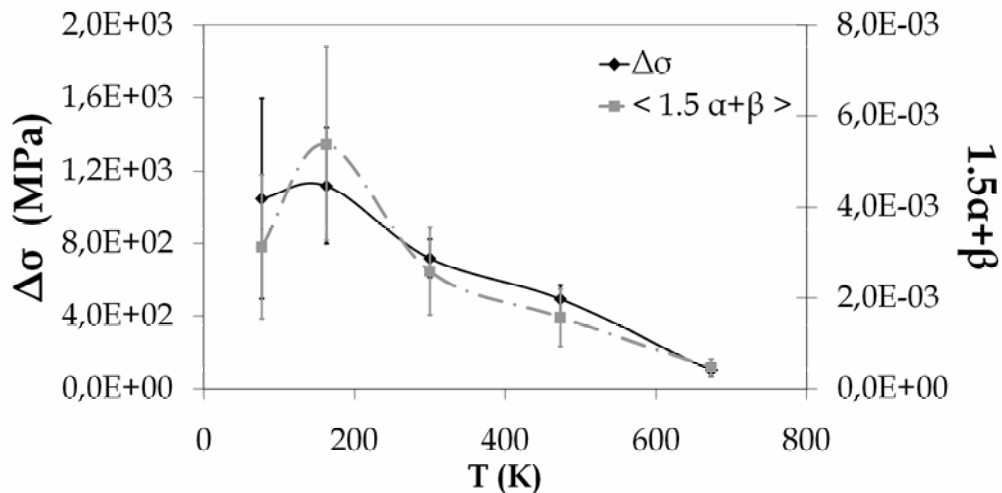


Fig. VI.138 : Evolution du paramètre de back-stress et de la densité de dislocations, calculés par diffraction, avec la déformation pour la nuance FeMn1000 sur des échantillons déformés à rupture par traction à différentes températures

Si on compare les échantillons déformés à 163K et 300K, on constate que la probabilité de fautes est plus élevée dans le premier cas alors que l'on s'attend à avoir un maillage plus intense à 300K. Ceci peut s'expliquer par un effet accru de la

probabilité de fautes d'empilement  $\alpha$  confirmé par une densité de dislocations et un back-stress plus élevés après une déformation à cette température.

### **VI.2.1.3 Conclusions**

Les mesures de back-stress, de probabilité de fautes et de dislocations sur des échantillons déformés à rupture à différentes températures sont en bon accord avec l'évolution de l'EFE. On observe un stade dominé par la formation de martensite et le glissement planaire des dislocations à 77K avec une forte proportion de martensite  $\epsilon$  et un back-stress important. A 163K, le back-stress est très important. Cela implique à la fois un glissement planaire des dislocations et un très intense phénomène de maclage. La diminution de la teneur en martensite et la hausse de la probabilité de fautes par rapport à l'échantillon déformé à 77K indique une transition vers un mode de déformation dominé par le maclage et le glissement planaire des dislocations.

Les mesures réalisées sur les échantillons déformés à plus haute température (473 et 673K) indiquent une diminution de la probabilité de fautes et du back-stress avec la température de déformation. Cela confirme que le mode de déformation principal à ces températures est le glissement des dislocations avec une activation progressive du glissement dévié (en accord avec la baisse du back-stress).

### **VI.2.2 Conclusions**

Les essais de restauration sur les aciers de la nuance Fe22Mn0.6C ont permis de mettre en évidence deux mécanismes physiques de la restauration : la baisse du back-stress et la baisse de la densité de dislocations. Le back-stress diminue à 450°C soit à cause d'une baisse du nombre de dislocations dans les empilements ou par une réorganisation de celles-ci avec un mécanisme de type polygonisation. A 500°C l'annihilation des dislocations est activée.

La comparaison des contraintes d'écoulement avec les mesures de back-stress et de densité de dislocations a mis en évidence que le back-stress n'augmente pas significativement la contrainte d'écoulement. L'augmentation de la contrainte d'écoulement liée au maclage doit donc être liée à une simple réduction cinématique de la taille de grain.

Les mesures de back-stress, des probabilités de fautes et de dislocations et de proportion de phase martensitique sont en bon accord avec l'EFE. On observe bien un mode de déformation basé sur la formation de martensite et sur le glissement planaire des dislocations à faible EFE (et donc à faible température) conformément aux observations MET de ces aciers (ALLAIN, 2004). A EFE élevée on constate un mode de déformation principalement basé sur le glissement des dislocations avec une activation progressive du glissement dévié avec la hausse de l'EFE. Pour les EFE

intermédiaires on observe bien que le glissement des dislocations est planaire et que le maclage joue un rôle important dans les modes de déformation.



## Conclusions

L'objectif principal de cette étude était de développer une méthode de contrôle non destructif pour préciser l'influence de la densité de dislocations et du maillage grâce à la quantification de ces phénomènes par diffraction. La mesure directe de la probabilité de joints de macles s'est révélée impossible. Il est en effet nécessaire pour cela de comprendre pourquoi les probabilités de fautes d'empilements mesurées à partir des déplacements des pics de diffraction sont supérieures aux probabilités de fautes mesurées à partir des profils de diffraction. Cependant, on a pu mesurer de façon indirecte le maillage en mesurant la probabilité de fautes totale. L'ordre de grandeur des mesures ainsi réalisées est en accord avec les observations de la littérature ainsi qu'avec celles que nous avons réalisées.

Les mesures des densités de dislocations réalisées par diffraction sont conformes à des mesures par variation de la masse volumique issues de la littérature. Ces mesures ne sont cependant pas conformes aux attentes des modèles de prédiction de la contrainte d'écoulement et elles doivent ouvrir un débat sur la pertinence du modèle de répartition des dislocations de Taylor et de la relation qu'il implique entre la densité de dislocations et la contrainte d'écoulement ( $\sigma_f = \alpha M \mu b \sqrt{\rho}$ ) dans le cas des matériaux à faible EFE. La valeur de  $\alpha$  habituellement considérée comme égale à 0.3 ou 0.4 est sans doute inférieure dans le cas où le glissement des dislocations est planaire.

Les observations sur les comportements asymptotiques, les moments des profils de diffraction et les profils de transformées de Fourier nous ont conduit à identifier un effet du back-stress sur les profils de diffraction. Les mesures de back-stress par diffraction que nous avons alors réalisées sont en accord avec des mesures mécaniques expérimentales. Cette étude apporte donc une méthode non destructive de mesure du back-stress. Ce type de mesures doit pouvoir être appliqué à d'autres matériaux et à des cas où la mesure du back-stress n'est pas réalisable par des essais mécaniques (comme sur des pièces industrielles à géométrie complexe).



Les essais de restauration sur les aciers de la nuance Fe22Mn0.6C ont permis de mettre en évidence la faible influence du back-stress sur le niveau de la contrainte d'écoulement et remis en question l'hypothèse qui suggérait que l'écrouissage lié au maclage était un écrouissage cinématique égal au back-stress.

La méthode que nous avons développée a confirmé de manière quantitative l'influence de la température de déformation, et donc de l'EFE, sur les modes de déformation. A faible EFE la déformation est assurée par un glissement planaire des dislocations en accord avec des niveaux de back-stress très élevés. Lorsque l'EFE augmente on constate une baisse progressive du back-stress ce qui correspond à une activation progressive du glissement dévié.

## Perspectives

Il est nécessaire de conduire les mêmes calculs analytiques sur les déformations en tête des empilements de dislocations que ceux qui ont été conduits pour les champs de déformation des dislocations. Ces calculs devront être réalisés pour définir rigoureusement un contraste pour le back-stress. Il sera alors peut-être possible, d'une part de mesurer la densité de ces empilements ainsi que le nombre moyen de dislocations par empilement. On pourra également introduire l'effet des empilements de dislocations sur les profils de raie dans les programmes Whole Powder Pattern Modeling, c'est-à-dire optimisant simultanément les différents profils de diffraction de l'ensemble du diagramme (comme le programme CMWP-fit ©).

Afin de vérifier la pertinence des mesures de densité de dislocations dans les matériaux à faible EFE, il semble nécessaire de réaliser de nouvelles mesures par diffraction. Il serait en effet intéressant de mesurer in-situ au cours de la déformation la densité de dislocations sur un échantillon de la nuance Fe<sub>22</sub>Mn<sub>0.6</sub>C, prédéformé à température ambiante, sur une plage de température allant de la température ambiante à 400°C. Il serait ainsi permis d'évaluer un éventuel effet de l'EFE sur la mesure (la restauration étant négligeable jusqu'à 400°C). La température pouvant influencer les profils de raies de diffraction au travers du mécanisme de diffusion thermique, on peut aussi réaliser une expérience similaire en partant d'un matériau à EFE moyen à température ambiante, comme le cuivre, le prédéformer à température ambiante et mesurer in-situ sa densité de dislocations en baissant progressivement sa température jusqu'à atteindre une EFE de 20mJ.m<sup>-2</sup>.

Dans une démarche exploratoire nous avons réalisé des mesures lors d'essais de traction in-situ sur une machine développée au sein du laboratoire SIMAP. La machine de traction dispose de mors chauffants (jusqu'à 300°C) et peut être installée dans une enceinte où l'on peut réaliser un vide secondaire (figure 139). Dans notre

étude nous avons utilisé la machine dans sa configuration la plus simple : à l'air et sans chauffage des mords.

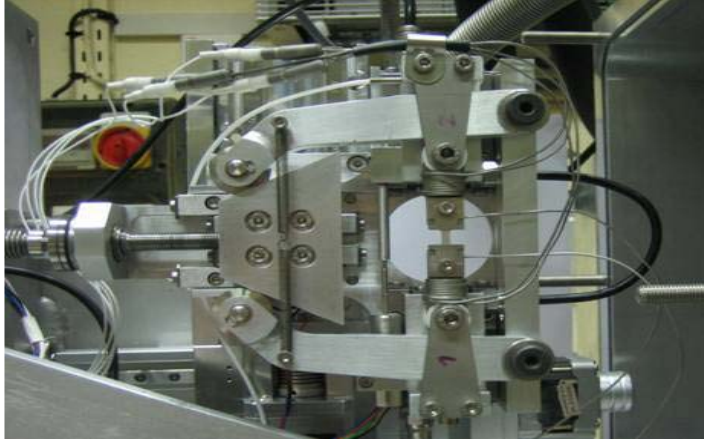


Fig. 139 : Machine de traction

Les mesures de diffraction ont été réalisées non pas dans la géométrie de transmission mais en réflexion et ce pour des questions de support de la machine de traction sur le goniomètre de la ligne BM02.

Les profils de raie mesurés sur les échantillons recristallisés montrent une plus forte asymétrie que dans la géométrie en transmission. Ceci s'explique part des effets de surface. Les micro-éprouvettes n'ont pas été électropolies mais ont été polies avec une solution OPS qui est un procédé moins efficace pour supprimer les contraintes résiduelles en surface, introduites lors du polissage mécanique. De plus, la géométrie en réflexion rend plus sensible aux effets de surface. Dans les prochaines études il sera nécessaire de réaliser un électro-polissage final et dans la mesure du possible d'adopter une géométrie de transmission.

Les résultats des mesures in-situ pour un essai de traction nous permettent d'obtenir des résultats en accord avec les mesures en transmission ex-situ. Si on compare les résultats après 20% de déformation on trouve des densités de dislocations comparables (tableau 22). Cependant, le back-stress mesuré in-situ est 50% plus élevé que pour la mesure post-mortem. De même la probabilité de fautes est plus de 3 fois supérieures pour les mesures in-situ. Ces deux incohérences sous sans doute liées à l'effet combiné de l'absence d'électro-polissage et de l'utilisation de la géométrie de réflexion. Cependant l'accord entre les mesures de densités de dislocations permet d'envisager de réaliser des mesures de densités de dislocations en fonction de la température à laquelle est effectuée la mesure pour vérifier l'éventuelle influence de l'EFE sur la mesure.

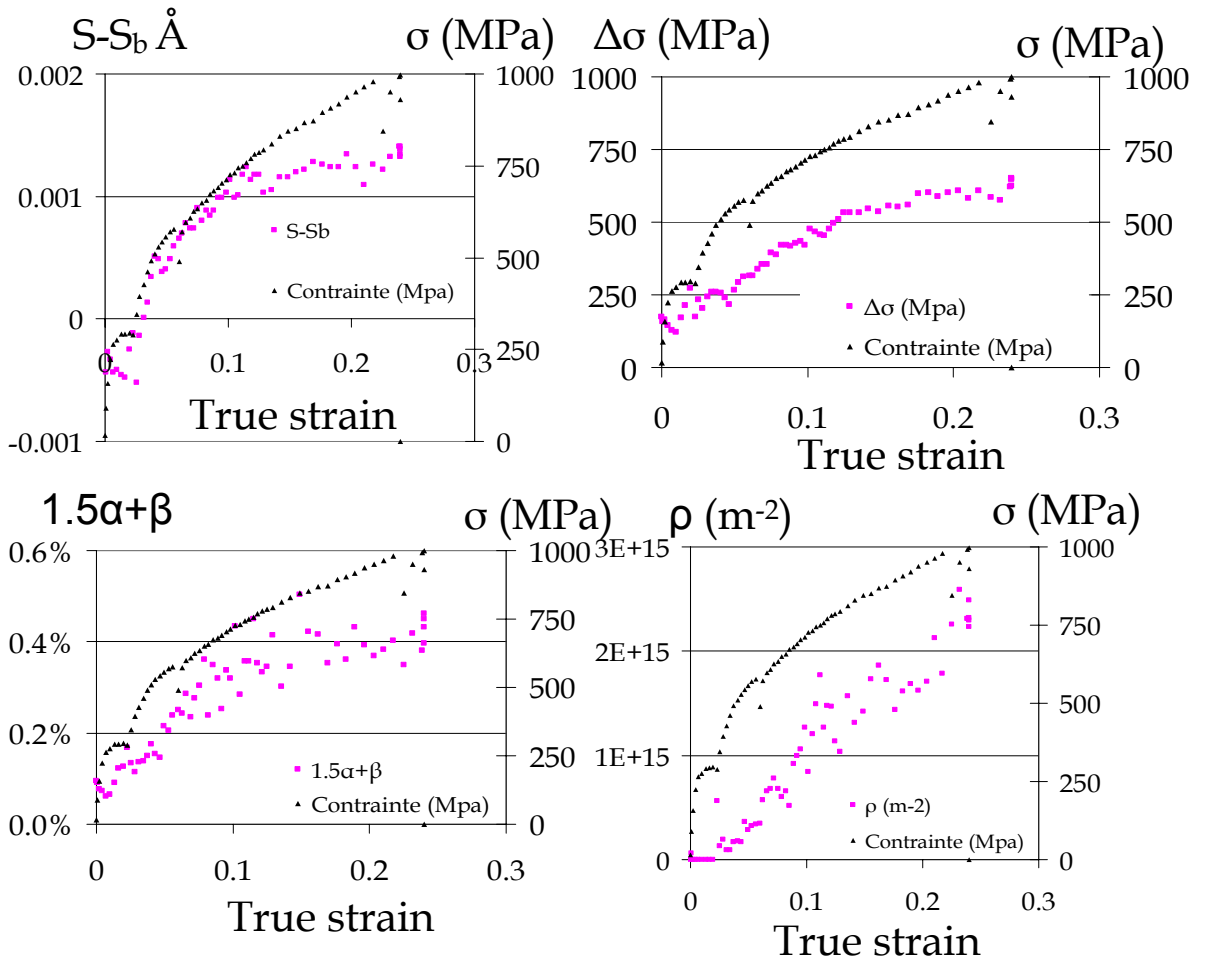


Fig. 140 : Résultats des mesures de diffraction lors de l'essai de traction in-situ sur un échantillon de la nuance CC3

CC3 20%	$\langle \rho \rangle$	$\Delta\sigma$ (Mpa)	$\langle 1.5 \alpha + \beta \rangle$
in-situ	2.2E+15	600	0.4%
ex-situ	2.8E+15	400	0.12%

Tab. 22 : Comparaison des probabilités de fautes, de dislocation et du back-stress mesurés par diffraction sur la nuance CC3 après 20% de déformation entre les mesures in-situ et ex-situ



## Bibliographie

- Adda, Y., Dupouy, J. M., Philibert, J. & Quéré, Y. (1987). *Eléments de métallurgie physique* Vol. 5. INSTN-CEA.
- Adler, R. P. I. & Wagner, C. N. J. (1962). *Journal of Applied Physics* 33, 3451.
- ALLAIN, S. (2004). Thesis thesis, École des Mines de Nancy.
- Allain, S., Chateau, J.-P. & Bouaziz, O. (2002). *Steel Research* 73, 299-300.
- Allain, S., Chateau, J. P. & Bouaziz, O. (2004). *Materials Science and Engineering A* 387-389, 143.
- Allain, S., Chateau, J. P., Bouaziz, O., Migot, S. & Guelton, N. (2004). *Materials Science and Engineering A* 387-389, 158.
- Allain, S., Chateau, J. P., Dahmoun, D. & Bouaziz, O. (2004). *Materials Science and Engineering A* 387-389, 272.
- Allain, S., Cugy, P., Scott, C., Chateau, J. P., Rusinek, A. & Deschamps, A. (2008). *International Journal of Materials Research* 99, 734.
- Armstrong, R., Codd, I., Douthwaite, R. M. & Petch, N. J. (1962). *Philosophical Magazine* 7, 45 - 58.
- Ashby, M. F. (1970). *Philosophical Magazine* 21, 399.
- Ashby, M. F. & Verrall, R. A. (1973). *Acta Metallurgica* 21, 149.
- Barbier, D., Gey, N., Allain, S., Bozzolo, N. & Humbert, M. (2009). *Materials Science and Engineering: A* 500, 196.
- Barbier, D., Gey, N., Bolle, B., Humbert, M. & Sébastien, A. (2006). *MATERIAUX 2006*. Dijon

- Baruj, A., Cotes, S., Sade, M. & Guillermet, A. F. (1996). *Zeitschrift für Metallkunde* 87, 765-772.
- Bertaut, E. (1950). *Acta Crystallographica* 3, 14-18.
- Beurrot, S. (2006). Ecole Centrale Nantes.
- Borbely, A., Dragomir-Cernatescu, J., Ribarik, G. & Ungar, T. (2003). *Journal of Applied Crystallography* 36, 160-162.
- Borbely, A. & Groma, I. (2001). *Applied Physics Letters* 79, 1772-1774.
- Bouaziz, O., Allain, S. & Scott, C. (2008). *Scripta Materialia* 58, 484.
- Bouaziz, O. & Guelton, N. (2001). *Materials Science and Engineering A* 319-321, 246.
- Bracke, L. (2006). PhD thesis, University Gent.
- Bunge, H. J. (1982). *Texture Analysis in Material Sciences*. DGM.
- Byun, T. S. (2003). *Acta Materialia* 51, 3063.
- Carreker Jr, R. P. & Hibbard Jr, W. R. (1953). *Acta Metallurgica* 1, 654.
- CHEN, L., KIM, H.-S., KIM, S.-K. & DE COOMAN, B. C. (2007). *The Iron and Steel Institute of Japan* 47, 1804.
- Chen, S., Chung, C. Y., Yan, C. & Hsu, T. Y. (1999). *Materials Science and Engineering A* 264, 262.
- Choi, H. C., Ha, T. K., Shin, H. C. & Chang, Y. W. (1999). *Scripta Materialia* 40, 1171.
- Chokshi, A. H., Rosen, A., Karch, J. & Gleiter, H. (1989). *Scripta Metallurgica* 23, 1679.
- Chou, Y. T. (1967). *Canadian Journal of Physics* 45, 559.
- Christian, J. W. & Mahajan, S. (1995). *Progress in Materials Science* 39, 1.
- Coco, L., Lefevre-Schlick, F., Bouaziz, O., Wang, X., Solberg, J. K. & Embury, D. (2008). *Materials Science and Engineering: A* 483-484, 266.
- Cohen, J. B. & Wagner, C. N. J. (1962). *Journal of Applied Physics* 33, 2073-2077.
- Cohen, J. B. & Weertman, J. (1963). *Acta Metallurgica* 11, 996.

- Conrad, H. (1963). *Acta Metallurgica* 11, 75.
- Conrad, H. (2007). *Nanotechnology* 325701.
- Conrad, H., Feuerstein, S. & Rice, L. (1967). *Materials Science and Engineering* 2, 157.
- Copley, S. M. & Kear, B. H. (1968). *Acta Metallurgica* 16, 227.
- Cotes, S., Guillermet, A. F. & Sade, M. (1998). *Journal of Alloys and Compounds* 278, 231.
- Cottrell, A. H. (1953). *Dislocations and plastic flow in crystals*. London: Oxford U.P.
- Crussard, C. (1963). *The Journal of the Australian Institute of Metals* 8, 317.
- Cullity, B. D. (1964). *Journal of Applied Physics* 35, 1915-1917.
- Dinsdale, A. T. (1991). *Calphad* 15, 317.
- Duggan, B. J., Hatherly, M., Hutchinson, W. B. & Wakefield, P. T. (1978). *Metal Science* 12, 345-351.
- Dumay, A. (2008). PhD thesis, Institut National Polytechnique de Lorraine.
- E. F. Rauch, M. V. (2005). *Materialwissenschaft und Werkstofftechnik* 36, 552-556.
- El-Danaf, E., Kalidindi, S. R., Doherty, R. D. & Necker, C. (2000). *Acta Materialia* 48, 2665.
- Ericsson, T. (1966). *Acta Metallurgica* 14, 853.
- Eshelby, J. D. (1953). *Journal of Applied Physics* 24, 176-179.
- Estrin, Y. & Mecking, H. (1984). *Acta Metallurgica* 32, 57.
- François, D., Pineau, A. & Zaoui, A. (1991a). *Comportement mécanique des matériaux*. Paris: HERMES.
- François, D., Pineau, A. & Zaoui, A. (1991b). *Comportement mécanique des matériaux*. Paris: HERMES.
- Friedel, J. (1964). *Dislocations*. Addison Wesley.
- Friedel, J., Boulanger, C. & Crussard, C. (1955). *Acta Metallurgica* 3, 380.
- Fujita, H. (1967). *Journal of the Physical Society of Japan* 23, 1349.



- Fujita, H. & Kimura, S. (1982). *Journal of the Physical Society of Japan* 52, 157.
- Goodchild, D., Roberts, W. T. & Wilson, D. V. (1970). *Acta Metallurgica* 18, 1137.
- Grässel, O., Krüger, L., Frommeyer, G. & Meyer, L. W. (2000). *International Journal of Plasticity* 16, 1391.
- Groma (1998). *PHYSICAL REVIEW B* 57, 7535-7542.
- Groma, I. & Szekely, F. (2000). *Journal of Applied Crystallography* 33, 1329-1334.
- Groma, I. & Székely, F. (2006). *Scripta Materialia* 54, 753.
- Groma, I., Ungar, T. & Wilkens, M. (1988). *Journal of Applied Crystallography* 21, 47-54.
- Hall, E. O. (1951). *Proceedings of the Physical Society. Section B* 747.
- Hirth, J. P. (1970). *Metallurgical Transactions A* 1, 2367.
- Huang, B. X., Wang, X. D., Rong, Y. H., Wang, L. & Jin, L. (2006). *Materials Science and Engineering: A* 438-440, 306.
- Huang, B. X., Wang, X. D., Wang, L. & Rong, Y. H. (2008). *Metallurgical and Materials Transactions A* 39, 717.
- Huang, W. (1989). *Calphad* 13, 243.
- Hutchinson, B. & Ridley, N. (2006). *Scripta Materialia* 55, 299.
- Idrissi, H., Ryelandt, L., Veron, M., Schryvers, D. & Jacques, P. J. (submitted).
- Johnson, A. A. (1962). *Philosophical Magazine* 7, 177 - 196.
- K. H. Matucha, W. F. M. W. (1969). *physica status solidi (b)* 33, 493-497.
- Kamminga, J. D. & Delhez, R. (2000). *Journal of Applied Crystallography* 33, 1122-1127.
- Karaman, I., Sehitoglu, H., Gall, K., Chumlyakov, Y. I. & Maier, H. J. (2000). *Acta Materialia* 48, 1345.
- Kestenbach, H. J. (1977a). *Philosophical Magazine* 36, 1509.
- Kestenbach, H. J. (1977b). *Philosophical Magazine* 36, 1509 - 1515.
- Koehler, J. S. (1952). *Physical Review* 85, 480.

- Krivoglaz, M. A. & Ryaboshapka, K. P. (1963a). *Fiz. Metallov i Metallovedenie* 15, 18.
- Krivoglaz, M. A. & Ryaboshapka, K. P. (1963b). *Fiz. Metallov i Metallovedenie* 16, 641.
- Krivoglaz, M. A. & Ryaboshapka, K. P. (1963c). *Fizika Metallov i Metallovedenie* 15, 18-31.
- Kronmüller, H. & Wilkens, M. (1969). *Scripta Metallurgica* 3, 495.
- Langford, J. I., Louer, D. & Scardi, P. (2000). *Journal of Applied Crystallography* 33, 964-974.
- Lecroisey, F. & Pineau, A. (1972). *Metallurgical and Materials Transactions B* 3, 391.
- Lemaignan, C. (2003). *La rupture des matériaux*.
- Lenkkeri, J. T. (1981). *Journal of Physics F: Metal Physics* 1991.
- Li, J. & Chou, Y. (1970). *Metallurgical and Materials Transactions B* 1, 1145.
- Li, L. & Hsu, T. Y. (1997). *Calphad* 21, 443.
- Lo, C. C., Augis, J. A. & Pinnel, M. R. (1979). *Journal of Applied Physics* 50, 6887.
- Lomer, W. M. (1957). *Philosophical Magazine* 2, 1053.
- Louchet, F. & Lebyodkin, M. (1997). *Materials Science and Engineering A* 239-240, 804.
- Mabelly, P., Hadmar, P., Desvignes, M. & Sprauel, J. M. (1996). *Le Journal de Physique IV C4*, C4-197.
- Marion, R. H. & Cohen, J. B. (1975). *Journal of Applied Crystallography* 8, 430-435.
- Miodownik, A. P. (1998). *Zeitschrift für Metallkunde* 89, 840-846.
- Mughrabi, H. (1975). *Constitutive Equations in plasticity*. MIT Press.
- Mughrabi, H. (1983). *Acta Metallurgica* 31, 1367.
- Mughrabi, H., Ungar, T., Kienle, W. & Wilkens, M. (1986). *Philosophical Magazine A* 53, 793.
- Nieh, T. G. & Wadsworth, J. (1991). *Scripta Metallurgica et Materialia* 25, 955.

- Nieman, G. W., Weertman, J. R. & Siegel, R. W. (1989). *Scripta Metallurgica* 23, 2013.
- Niewczas, M., Basinski, Z. S. & Embury, J. D. (2001). *Philosophical Magazine A* 81, 1143 - 1159.
- Niewczas, M. M., Basinski, Z. S., Basinski, S. J. & Embury, J. D. (2001). *Philosophical Magazine A* 81, 1121.
- Paterson, M. S. (1952). *Journal of Applied Physics* 23, 805.
- Petch, N. J. (1953). *The Journal of the Iron and Steel Institute*. 174, 25.
- Petrov, Y. N. (2003). *Zeitschrift für Metallkunde* 94, 1012.
- Pettinari, F., Douin, J., Saada, G., Caron, P., Coujou, A. & Clément, N. (2002). *Materials Science and Engineering A* 325, 511.
- Poilâne, C. (1998). PhD thesis thesis, U.F.R Des Sciences et Techniques de l'Université de Franche-Comté.
- Püschl, W. (2002). *Progress in Materials Science* 47, 415.
- Rauch, E. F. & Dupuy, L. (2006). *Journal of Applied Crystallography* 39, 104-105.
- Remy, L. (1978). *Acta Metallurgica* 26, 443.
- Remy, L. & Pineau, A. (1976). *Materials Science and Engineering* 26, 123.
- Ribarik, G., Ungar, T. & Gubicza, J. (2001). *Journal of Applied Crystallography* 34, 669-676.
- Richeton, T. (2006). thesis, INSTITUT NATIONAL POLYTECHNIQUE DE GRENOBLE.
- Scardi, P., Dong, Y. H. & Leoni, M. (2001). *Materials Science Forum* 378-381 pt. 1, 132-141.
- Scardi, P., Leoni, M. & Dong, Y. H. (2000). *European Physical Journal B* 18, 23-30.
- Schafner, E., Simon, K., Bernstorff, S., Hanák, P., Tichy, G., Ungár, T. & Zehetbauer, M. J. (2005). *Acta Materialia* 53, 315.
- Scherrer, P. (1918). *Zsigmondy's Kolloidchemie* 394.
- Schmitt, V. (2004). INSA Lyon.
- Schumann, V. H. (1972). *Neue Hütte* 17, 605-609.

- Seeger, A. (1963). Relations between Structure and Mechanical Properties of Metals. London: HMSO.
- Seeger, A. & Stehle, H. (1956). Z. Physik 146, 218.
- Sevillano, J. G. (2009). Scripta Materialia In Press, Uncorrected Proof.
- Shun, T., Wan, C. M. & Byrne, J. G. (1992). Acta Metallurgica et Materialia 40, 3407.
- Sinclair, C. W., Poole, W. J. & Bréchet, Y. (2006). Scripta Materialia 55, 739.
- Spencer, K., Embury, J. D., Conlon, K. T., Véron, M. & Bréchet, Y. (2004). Materials Science and Engineering A 387-389, 873.
- Suzuki, H. & Barrett, C. S. (1958). Acta Metallurgica 6, 156.
- T. Ungár, G. T. (1999). physica status solidi (a) 171, 425-434.
- Takeuchi, S. (2001). Scripta Materialia 44, 1483.
- Thompson, A. A. W. (1975). Acta Metallurgica 23, 1337.
- Thornton, P. R. & Mitchell, T. E. (1962). Philosophical Magazine 7, 361.
- Tomota, Y., Morioka, Y. & Nakagawara, W. (1998). Acta Materialia 46, 1419.
- Tomota, Y., Strum, M. & Morris, J. (1986). Metallurgical and Materials Transactions A 17, 537.
- Ungár, T. (2004). Scripta Materialia 51, 777.
- Ungár, T. & Borbely, A. (1996). Applied Physics Letters 69, 3173.
- Ungár, T., Dragomir, I., Revesz, A. & Borbely, A. (1999). Journal of Applied Crystallography 32, 992-1002.
- Ungár, T., Groma, I. & Wilkens, M. (1989). Journal of Applied Crystallography 22, 26-34.
- Ungár, T., Gubicza, J., Ribarik, G. & Borbely, A. (2001). Journal of Applied Crystallography 34, 298-310.
- Ungár, T., Mughrabi, H., Ronnpagel, D. & Wilkens, M. (1984). Acta Metallurgica 32, 333.
- Ungar, T., Ott, S., Sanders, P. G., Borbely, A. & Weertman, J. R. (1998). Acta Materialia 46, 3693.

- Van Swygenhoven, H., Spaczer, M., Caro, A. & Farkas, D. (1999). *Physical Review B* 60, 22.
- Velterop, L., Delhez, R., de Keijser, T. H., Mittemeijer, E. J. & Reefman, D. (2000). *Journal of Applied Crystallography* 33, 296-306.
- Venables, J. A. (1961). *Philosophical Magazine* 6, 379 - 396.
- Venables, J. A. (1963). *Acta Metallurgica* 11, 1368.
- Venables, J. A. (1964a). *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 25, 685.
- Venables, J. A. (1964b). *Journal of Physics and Chemistry of Solids* 25, 693.
- Vercammen, S., Blanpain, B., De Cooman, B. C. & Wollants, P. (2004). *Acta Materialia* 52, 2005.
- Vercammen, S., De Cooman, B. C., Akdut, N., Blanpain, B. & Wollants, P. (2002). *Proceedings of the 1st International Conference on TRIP-aided High Strength Ferrous Alloys*, pp. 55-60. Ghent (Belgium): GRIPS.
- Wagner, C. N. J. (1957a). *Acta Metallurgica* 5, 427.
- Wagner, C. N. J. (1957b). *Acta Metallurgica* 5, 477.
- Wang, X. (2008). Private communication.
- Warren, B. E. (1959). *Progress in Metal Physics* 8, 147.
- Warren, B. E. (1990). *X-ray diffraction*. New-York: Dover.
- Warren, B. E. & Averbach, B. L. (1950). *Journal of Applied Physics* 21, 595-599.
- Warren, B. E. & Averbach, B. L. (1952). *Journal of Applied Physics* 23, 497.
- Warren, B. E. & Warekois, E. P. (1955). *Acta Metallurgica* 3, 473.
- Weertman, J. W. (1970). *Théorie Élémentaire des Dislocations*. Paris: Masson & Cie.
- Wilkins, M. (1970). *Physica status solidi a* 2, 359.
- Wilkins, M. (1988). *Proceedings of the 8th International Conference on the Strength of Metal Alloys (ICSMA 8)*. Tampere: Oxford: Pergamon.
- Williamson, G. K. & Hall, W. H. (1953). *Acta Metallurgica* 1, 22.
- Wilson, A. J. C. (1942). *Proceedings of the Royal Society of London. Series A, Mathematical and Physical Sciences (1934-1990)* 180, 277.

Wilson, A. J. C. (1949). Research 541.

Wilson, A. J. C. (1950). Research 387.

Wilson, A. J. C. (1962). Proceedings of the Physical Society 80, 286.

Wu, E., Gray, E. M. A. & Kisi, E. H. (1998). Journal of Applied Crystallography  
31, 356-362.



# Annexes

<b>annexe A Termes dépendant de hkl déterminant le contraste des fautes et des macles</b>	<b>223</b>
<b>annexe B Détermination des constantes élastiques <math>c_{11}</math>, <math>c_{12}</math> et <math>c_{44}</math> dans les aciers TWIP Fe22Mn0.6C</b>	<b>229</b>
<b>annexe C L'analyse des images et les différentes corrections</b>	<b>232</b>
<b>annexe D Résultats mesures de <math>\sigma_{0.2}</math> et de l'allongement à rupture après restauration sur la nuance CC6</b>	<b>238</b>





## annexe A Termes dépendant de hkl déterminant le contraste des fautes et des macles

$L_0 = 3M(\pm)l$  définit la raie hkl comme b (pour broadened)

$L_0 = 3M$  définit la raie hkl comme u (pour unbroadened)

avec  $L_0 = h + k + l$

et  $h_0^2 = h^2 + k^2 + l^2$

$\langle W_{hkl} \rangle = \sum_b \frac{|L_0|}{h_0(u+b)}$  : contraste moyen sur toutes les orientations dû aux joints de macles et aux fautes d'empilement sur l'élargissement des pics

$\langle V_{hkl} \rangle = \sum_b (\pm) \frac{L_0}{h_0^2(u+b)}$  : contraste moyen sur toutes les orientations dû aux fautes d'empilement sur le déplacement des pics

Le signe  $(\pm)$  correspond à celui défini par la relation  $L_0 = 3M(\pm)l$

$\langle A_{hkl} \rangle = \sum_b (\pm) \frac{L_0}{|L_0|(u+b)}$  : contraste moyen sur toutes les orientations dû aux joints de macles sur l'asymétrie des pics

$$\langle W_{hkl} \rangle : \text{élargissement des pics} = \frac{\sqrt{3}}{4}$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = \frac{1}{4}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = \frac{3}{4}$$

hkl	Lo	±
111	3	0
11-1	1	+
1-11	1	+
1-1-1	-1	-
-111	1	+
-11-1	-1	-
-1-11	-1	-
-1-1-1	-3	0

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = 1$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = -\frac{1}{2}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = -1$$

hkl	Lo	±
002	2	-
00-2	-2	+

*annexe A Termes dépendant de hkl déterminant le contraste des fautes et des macles*

---

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = \frac{1}{\sqrt{2}}$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = \frac{1}{4}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = \frac{1}{2}$$

hkl	Lo	±
220	4	+
2-20	0	0
-220	0	0
-2-20	-4	-

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = \frac{3}{2\sqrt{11}}$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = -\frac{1}{11}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = 0$$

hkl	Lo	±
311	5	-
31-1	3	0
3-11	3	0
3-1-1	1	+
-311	-1	-
-31-1	-3	0
-3-11	-3	0
-3-1-1	-5	+

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = \frac{\sqrt{3}}{4}$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = -\frac{1}{8}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = -\frac{3}{4}$$

hkl	Lo	±
222	6	0
22-2	2	-
2-22	2	-
2-2-2	-2	+
-222	2	-
-22-2	-2	+
-2-22	-2	+
-2-2-2	-6	0

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = 1$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = \frac{1}{4}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = 1$$

hkl	Lo	±
400	4	+
-400	-4	-

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = \frac{7}{2\sqrt{19}}$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = \frac{1}{19}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = \frac{1}{2}$$

hkl	Lo	±
331	7	+
33-1	5	-
3-31	1	+
3-3-1	-1	-
-331	1	+
-33-1	-1	-
-3-31	-5	+
-3-3-1	-7	-

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = \frac{1}{2\sqrt{5}}$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = -\frac{1}{20}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = -\frac{1}{2}$$

hkl	Lo	±
420	6	0
4-20	2	-
-420	-2	+
-4-20	-6	0

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = \sqrt{\frac{2}{3}}$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = 0$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = \frac{1}{4}$$

hkl	Lo	±
422	8	-
42-2	4	+
4-22	4	+
4-2-2	0	0
-422	0	0
-42-2	-4	-
-4-22	-4	-
-4-2-2	-8	+

$$W_{hkl} : \text{élargissement des pics} = \frac{\sqrt{2}}{2}$$

$$V_{hkl} : \text{déplacement des pics} = -\frac{1}{8}$$

$$A_{hkl} : \text{asymétrie des pics} = -\frac{1}{2}$$

hkl	Lo	±
440	8	-
4-40	0	0
-440	0	0
-4-40	-8	+

## annexe B Détermination des constantes élastiques $c_{11}$ , $c_{12}$ et $c_{44}$ dans les aciers TWIP Fe22Mn0.6C

Le facteur de contraste est lié à trois éléments. Le champ de déformation n'est pas isotrope, il dépend de la nature des dislocations et les déplacements qui peuvent être mesurés par rayons X sont ceux suivant l'axe défini par le vecteur de diffraction  $\vec{S}$ .

On rappelle que le champ de déformation est relié au champ de contrainte à l'aide de l'expression du tenseur de la loi de Hooke généralisée :

$$\begin{pmatrix} \sigma_{11} \\ \sigma_{22} \\ \sigma_{33} \\ \sigma_{32} \\ \sigma_{31} \\ \sigma_{21} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_{11} \\ \varepsilon_{22} \\ \varepsilon_{33} \\ \varepsilon_{32} \\ \varepsilon_{31} \\ \varepsilon_{21} \end{pmatrix}$$

Ce tenseur relie le tenseur des contraintes à celui des déformations. Dans le cas des CFC celui-ci n'a que trois variables indépendantes :  $C_{11}$ ,  $C_{12}$  et  $C_{44}$

Il est donc nécessaire de déterminer les valeurs de ces constantes élastiques. La détermination expérimentale de ces constantes microscopiques nécessitant de travailler sur monocristal, seule une recherche bibliographique a été effectuée.

Lenkkeri (Lenkkeri, 1981) a mesuré les constantes  $C_{11}$   $C_{12}$   $C_{44}$  pour plusieurs alliages CFC en mesurant la propagation des ondes suivant les orientations (110) (001) et  $(1\bar{1}0)$  du monocristal. Les constantes élastiques sont données en  $10^{11}$   $\text{Nm}^{-2}$ . Fe38.5Mn

Fe38.5Mn		
c11	c12	c44
1.69	0.98	1.40

Fe14.5Ni14.5Cr2.5Mo		
c11	c12	c44
2.04	1.34	1.29



Co80.4Ni		
c11	c12	c44
2.47	1.54	1.28

Pour vérifier ces valeurs, on peut les comparer avec les constantes macroscopiques connues de l'acier. Le premier invariant des contraintes permet de relier  $C_{11}$  et  $C_{12}$  au module de compressibilité  $K$ , grandeur macroscopique. Les relations données ci-dessous ne sont valables que pour les matériaux à symétrie cubique tels les CFC.

$$\text{On a: } K = \frac{C_{11} + 2C_{12}}{3}$$

Le calcul du module de cisaillement  $G$  lui nécessite de faire une hypothèse, classiquement on choisit :

Si les déformations sont continues on a (hypothèse de Voigt):

$$G_V = \frac{(C_{11} - C_{12}) + 3C_{44}}{5}$$

Si les contraintes sont continues on a (hypothèse de Reuss) :

$$G_R = \frac{2.5 \cdot (C_{11} - C_{12}) \cdot C_{44}}{2C_{44} + 1.5 \cdot (C_{11} - C_{12})}$$

$$\text{On prendra comme valeur pour } G : G = \frac{G_V + G_R}{2}$$

Sébastien Allain (ALLAIN, 2004) a déterminé expérimentalement que le module de cisaillement de l'acier FeMn1000 valait 62GPa en dessous de sa température de Néel. Avec  $\nu = 0.3$ , le coefficient de Poisson on peut déterminer  $K$ .

$$K = \frac{2(1+\nu)}{3(1-2\nu)} G$$

On a donc  $K = 157Pa$  et  $G = 62GPa$

C'est la nuance Fe14.5Ni14.5Cr2.5Mo qui est la plus proche des valeurs de notre acier avec  $K = 157GPa$  et  $G = 78GPa$

On prendra donc pour valeur de  $C_{11}$   $C_{12}$   $C_{44}$  respectivement 207, 135 et 130GPa

Une fois ces valeurs déterminées on peut calculer le facteur de contraste des dislocations. Le programme élaboré par Borbély (Borbely *et al.*, 2003) permet avec ces valeurs de calculer  $C_{hkl}$  pour chaque valeur de hkl, pour différents systèmes de glissement et différents types de dislocations (coin ou vis). Les résultats sont donnés dans le tableau 23 dans le cas des dislocations parfaites coins et vis (de vecteur de Burgers typique  $\frac{a}{2}[110]$ ) et des dislocations partielles de Shockley coin et vis (de vecteur de Burgers typique  $\frac{a}{6}[112]$ ).

	contraste moyen C vis parfaite	contraste moyen C coin parfaite	contraste moyen C vis partiel	contraste moyen C coin partiel
<b>1 1 1</b>	0.056	0.136	0.075	0.143
<b>0 0 2</b>	0.331	0.302	0.265	0.272
<b>2 2 0</b>	0.094	0.185	0.122	0.175
<b>1 1 3</b>	0.204	0.238	0.175	0.211
<b>2 2 2</b>	0.056	0.136	0.075	0.143
<b>0 0 4</b>	0.331	0.302	0.265	0.272
<b>1 3 3</b>	0.105	0.154	0.108	0.166
<b>4 2 0</b>	0.198	0.237	0.174	0.210
<b>4 2 2</b>	0.125	0.185	0.122	0.175
<b>5 1 1 &amp; 3 3 3</b>	x	x	x	x
<b>4 4 0</b>	0.094	0.185	0.122	0.175

Tab. 23 : Facteur de contraste moyen pour les dislocations parfaites et les dislocations de Shockley

## annexe C L'analyse des images et les différentes corrections

Toute la partie concernant la mise en place du protocole de l'analyse des images et des différentes corrections a été mise au point au cours de l'étude post doctorale de Henri de Monestrol (LTPCM). Ce protocole se déroule en trois temps. Une première étape de mesures expérimentale 'la « croix » qui permet de déterminer précisément la position de la caméra par rapport au goniomètre. Une seconde étape de corrections et de calcul de diagrammes 1D en unité de pixels et une troisième étape correction et de conversion des pixels en angles  $2\theta$ .

### C.1 La mesure de la croix

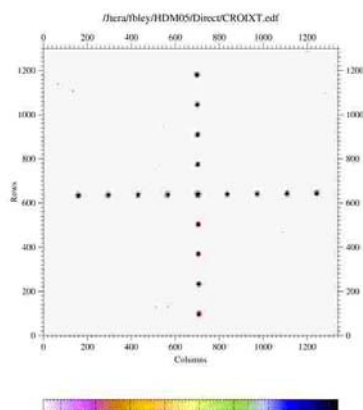


Fig. 141 : Superposition des mesures de faisceaux directs pour différentes valeurs de  $\alpha_m$  (alignement vertical) et  $2\theta_m$  (alignement horizontal).

Une fois la caméra CCD fixée, on réalise la calibration de la géométrie du montage (distance CCD/échantillons, angles initiaux du goniomètre). A chaque fois que l'on déplace la CCD sur le bras la fixant on doit de nouveau réaliser cette opération (la distance échantillons/CCD a changé). L'opération consiste à faire deux séries de mesures. A  $\alpha$  moniteur fixe ( $\alpha_m$ ) et nulle on réalise une série de mesures de faisceaux directs en faisant varier  $2\theta$  (sans échantillon mais avec filtres) Une dizaine d'acquisition suffit. Le pas en  $2\theta$  doit permettre de parcourir l'ensemble de la caméra CCD. On réalise la même opération avec  $2\theta$  moniteur nulle et en faisant varier  $\alpha_m$ . Le pas peut-être pris égal au précédent. La figure 141 montre la superposition des mesures de faisceaux directs. A partir des positions X et Y sur la caméra CCD de ces faisceaux directs on va pouvoir déterminer la géométrie du montage.

Soit :

D : la distance échantillon (ou centre goniomètre) / détecteur

$2\theta_d, \alpha_d$  angles d'inclinaison du détecteur dans le repère goniomètre

$2\theta_d = 2\theta_m + 2\theta^\circ$  (mesuré (sur le détecteur) + position initiale)

$\alpha_d = \alpha_m + \alpha^\circ$  (mesuré (sur le détecteur) + position initiale)

$\beta_g$  angle de rotation du détecteur autour de sa normale

En faisant varier  $2\theta_m$  et  $\alpha_m$ , on peut déterminer D,  $2\theta^\circ$ ,  $\alpha^\circ$  et  $\beta_g$ . En effet, la position du faisceau direct sur la caméra CCD est :

$$X = x^\circ + D \cos \beta_g \tan 2\theta_d + D \sin \beta_g \tan \alpha_d$$

$$Y = y^\circ + D \sin \beta_g \tan 2\theta_d - D \cos \beta_g \tan \alpha_d$$

A  $\alpha_m$  constant, les positions du faisceau direct pour différents  $2\theta_m$  forment une droite dans le repère du détecteur dont la pente vaut  $\tan \beta_g$ .

Idem en faisant varier  $\alpha_m$  à  $2\theta_m$  constant ; la pente vaut  $\cot \beta_g$

A  $\alpha_m$  constant, la distance sur le détecteur entre 2 positions du faisceau direct pour 2 valeur de  $2\theta_m$  :  $2\theta_1$  et  $2\theta_2$  vaut :

$$d^2 = D^2 (\tan (2\theta_2 + 2\theta^\circ) - \tan (2\theta_1 + 2\theta^\circ))^2$$

en particulier pour  $2\theta_1 = 0$  ;  $d = D (\tan (2\theta_2 + 2\theta^\circ) - \tan (2\theta^\circ))$

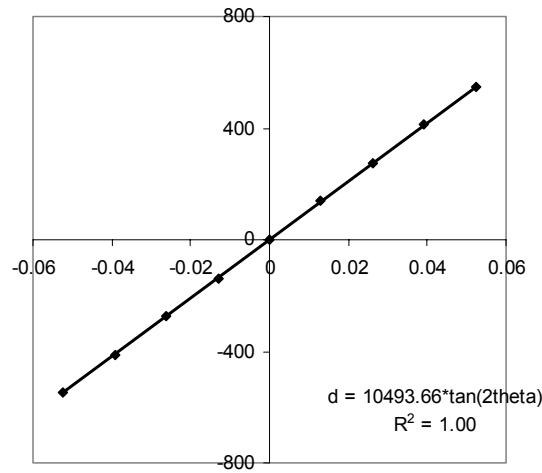


Fig. VI142 : Fit de la courbe  $d(2\theta_m)$  en fonction de  $2\theta_m$

Un fit sur les la courbe  $d(2\theta_m)$  permet d'évaluer D (en pixels) et  $2\theta^\circ$  (figure 142)

De même, un fit sur  $d(\alpha_m)$  permet d'évaluer D et  $\alpha^\circ$ .

On peut alors calculer les valeurs de X et Y (position du faisceau direct sur la caméra CCD) nécessaire au programme BM2IMG pour calculer les spectres 1D en pixels.

## C.2 Corrections de BM2IMG

Les images obtenues à partir du détecteur 2D sont distordues, ces distorsions sont de 2 types : distorsion spatiale et distorsion sur la profondeur de l'image. La distorsion spatiale est prise en compte avec la correction dite de grille. La distorsion de l'image après correction est inférieure à 0.2 pixels sur les bords du détecteur.

La distorsion en profondeur est corrigée en mesurant la fluorescence d'une solution à base de Mo (fluorescence mesurée à 20 keV). Cette fluorescence, supposée isotrope, permet de corriger la profondeur de champ en divisant les images mesurées par celle de la fluorescence de Mo. Cette correction est appelée « flatfield ».

Les sources de bruit peuvent être éliminées facilement des mesures :

La correction de bruit électronique, dite correction de « Dark » est effectuée en soustrayant à chaque image une acquisition sans faisceau de même durée. Ceci permet de soustraire le bruit électronique propre au détecteur.

La correction de « cosmiques » temporels : pour chaque pixel, les intensités mesurées sur chacune des 5 images acquises successivement sont comparées. Les points différant nettement de la moyenne sont ôtés et remplacés par la moyenne.

La correction de « cosmiques » spatiaux : l'intensité de chaque pixel est comparée avec l'intensité des pixels voisins. Les points aberrants sont enlevés et remplacés par la moyenne des quatre autres.

Le programme BM2IMG, écrit par J.-F. Bézar<sup>1</sup> et disponible sur BM02, réalise dans l'ordre la correction de cosmiques (temporels et spatiaux), de Dark, de grille et de flat (fluorescence).

BM2IMG réalise enfin, à partir des valeurs de la position en pixel du faisceau direct calculé dans le repère du détecteur (Xcentre, Ycentre), les spectres 1D pour chaque secteur de la caméra (figure III.55) sous la forme de l'intensité diffractée en fonction de la distance en pixel de la position du faisceau direct (voir en annexe C.1). Connaissant la géométrie du dispositif on peut convertir ces distances en angles  $2\theta$ .

---

<sup>1</sup> Responsable de la ligne CRG D2AM sur BM02, [berar@esrf.fr](mailto:berar@esrf.fr)

### C.3 Conversion des pixels en angles $2\theta$ et corrections d'intensité

Un programme en fortran réalise à la fois la conversion en  $2\theta$  et diverses corrections de l'intensité.

La correction de l'intensité nécessite trois étapes :

- La normalisation des intensités : l'intensité du faisceau direct est mesurée en permanence par un détecteur indépendant (le moniteur). Les spectres ont été normalisés par cette valeur
- La correction d'absorption : la fraction de faisceau absorbé par l'échantillon dépend de l'inclinaison de l'échantillon ( $\theta$ , noté ici  $\gamma$ ), des angles de Bragg ( $2\theta$ ) et azimutal (noté ici  $\varphi$ ), ainsi que du produit  $\mu*t$  où  $\mu$  est le coefficient linéaire d'absorption de l'échantillon et  $t$  l'épaisseur de la lame. Pour chaque échantillon, nous avons systématiquement déterminé le produit  $\mu*t$  en mesurant l'intensité du faisceau direct transmis par l'échantillon. Pour être corrigée, l'intensité doit être divisée par le facteur  $g_{abs}$ <sup>1</sup>:

$$g_{abs} = \frac{A(\exp(B * \mu t) - 1)}{B \cdot \cos \gamma} \tag{VI81}$$

- La soustraction du bruit de fond.

où  $A = \exp(-\mu t \cdot C)$ ,  $B = -\left(\frac{1}{\cos(\gamma)} - C\right)$  et

$$C = \frac{1}{\cos(\gamma)\cos(2\theta) - \sin(\gamma)\sin(2\theta)\cos(\varphi)}$$

- La correction d'angle solide : la correction d'angle solide provient du fait qu'aux pixels du détecteur correspondent des angles solides différents. Cependant, lorsque le détecteur est placé à la même distance pour la caractérisation d'un échantillon que pour la mesure de l'image du « flatfield », soit 50 cm dans notre étude, la correction d'angle solide est déjà incluse dans la correction de l'efficacité du détecteur réalisée avec la solution de molybdène.

---

<sup>1</sup> International Tables for X-ray Crystallography vol. 2 (1983) page 306

- La conversion du diagramme 1D en pixels vers le diagramme 1D en  $2\theta$  s'effectue à partir de la formule suivante :

$$tg(2\theta) = \frac{R \sqrt{\left[ \frac{1}{\cos^2(2\theta_d)} - \cos^2(\beta_s) tg^2(2\theta_d) \right]}}{\frac{L}{\cos^2(2\theta_d)} + R \cos(\beta_s) tg(2\theta_d)} \quad (VI82)$$

Avec  $R=OA_1$  (figure 143) la distance (en pixels) entre la position du point calculé et la position du faisceau direct dans le repère du détecteur (de coordonnées Centre X et Centre Y calculées à partir des mesures dites de « faisceau direct ». L est la distance échantillon détecteur,  $2\theta_d$  est l'angle  $2\theta$  entre le centre du détecteur  $A_0$  et le point O correspondant à la position du faisceau direct (figure 143) et  $\beta_s$  est l'angle correspondant au secteur de la caméra CCD considéré.

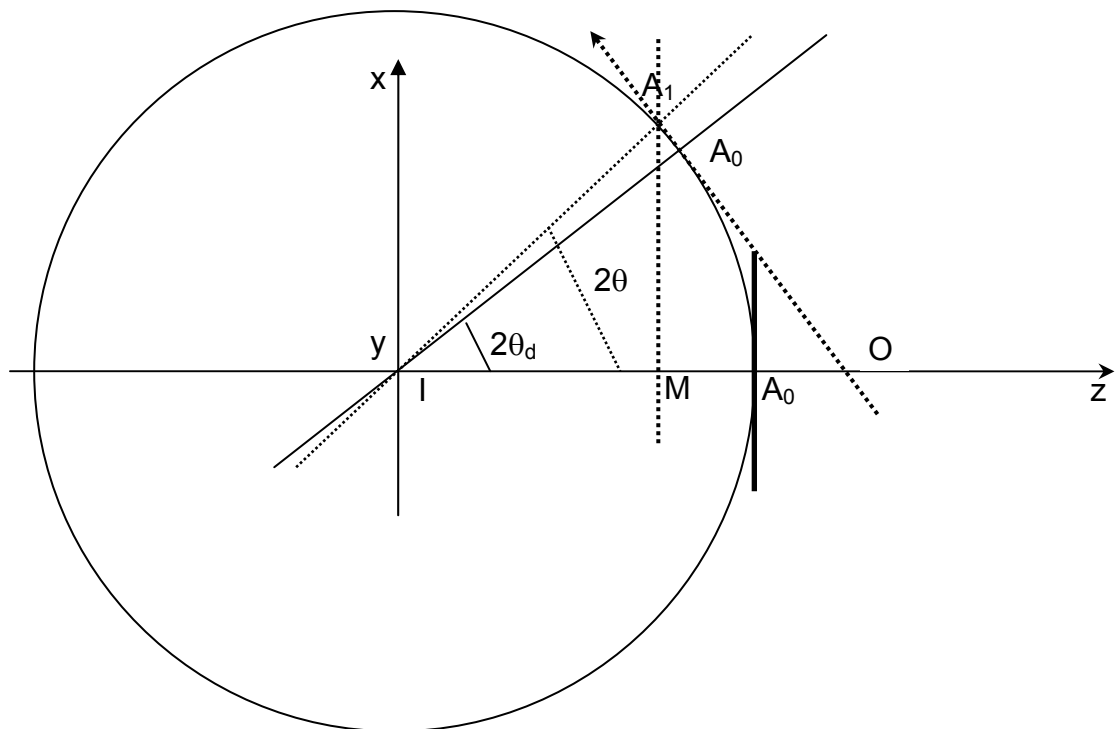


Fig. 143 : Schéma simplifié de la géométrie goniométrique / détecteur.  $A_0$  marque la position du centre de la caméra lorsque celle-ci est à l'angle  $2\theta_d$ .  $A_1$  est la position du point considéré sur la caméra CCD pour ce même angle. I est l'origine du goniomètre et O est la position virtuelle du faisceau direct sur la caméra CCD à l'angle  $2\theta_d$

Une fois l'ensemble de ces corrections et de ces traitements numériques réalisés on obtient à partir d'images 2D des diagrammes intensité diffractée en fonction de l'angle  $2\theta$ .



## annexe D Résultats mesures de $\sigma_{0.2}$ et de l'allongement à rupture après restauration sur la nuance CC6

$\sigma_{0.2}$  est une la limite conventionnelle d'élasticité, elle correspond à la contrainte nominale pour une déformation vraie de 0.2% sur un essai de traction.

$R_m$  caractérise la résistance mécanique.  $R_m$  est la contrainte nominale à rupture.

A% est l'allongement nominale à rupture.

N° eprouvette	prédéformation (LAF)	traitement		$\sigma_{0.2}$	$R_m$	A%
		Température	temps			
F08001-5	25%		--	1341	1608	10.8
F08001-5	25%		--	1371	1604	9.4
F08001-5	25%		--	1322	1604	7.5
F08001-5	25%		--	1355	1607	8.8
F08001-5	25%		--	1330	1615	11
F08001-5	25%		--	1327	1615	10.2
F08001-5	25%		--	1303	1603	9.5
F08001-5	25%		--			
F08001-5	25%		--	1431	1592	9.3
F08001-5	25%		--	1388	1597	9.5
F08001-6	25%	550°C	5mn	1245	1521	24
F08001-6	25%	550°C	5mn	1236	1517	23.9
F08001-7	25%	550°C	20mn	1201	1496	25
F08001-7	25%	550°C	20mn	1200	1490	24.8
F08001-8	25%	550°C	1h	1178	1479	23.9
F08001-8	25%	550°C	1h	1174	1475	23.7
F08001-9	25%	550°C	1mn	1231	1535	22
F08001-9	25%	550°C	1mn	1240	1538	21.8
F08001-10	25%	450°C	1h	1285	1557	18.8
F08001-10	25%	450°C	1h	1285	1552	19
F08001-12	25%	450°C	20mn	1302	1567	18.3

*annexe D Résultats mesures de  $\sigma_{0.2}$  et de l'allongement à rupture après restauration sur la nuance CC6*

F08001-12	25%	450°C	20mn	1268	1567	18.9
F08001-13	25%	450°C	5mn	1303	1579	18.3
F08001-13	25%	450°C	5mn	1278	1575	18.6
F08001-14	25%	500°C	5mn	1248	1533	22.3
F08001-14	25%	500°C	5mn	1240	1536	22.3
F08001-15	25%	500°C	5mn	1244	1529	21.3
F08001-15	25%	500°C	5mn	1262	1524	21
F08001-22	25%	500°C	20mn	620	1154	49.8
F08001-22	25%	500°C	20mn	655	1194	42
F08001-23	25%	500°C	20mn			
F08001-23	25%	500°C	20mn	1225	1517	22.8
F08001-18	50%		--	1731	2074	2.7
F08001-18	50%		--	1759	2083	2.8
F08001-19	50%	550°C	20mn	1495	1727	15
F08001-19	50%	550°C	20mn	1489	1720	14.6
F08001-20	70%		--	1860	2231	1.2
F08001-20	70%		--	1959	2237	1.3
F08001-21	70%	550°C	20mn	1572	1757	8.9
F08001-21	70%	550°C	20mn	1579	1768	8.4