



**HAL**  
open science

# Étude des mécanismes contrôlant la déformation du magnésium à chaud

Adrien Chapuis

► **To cite this version:**

Adrien Chapuis. Étude des mécanismes contrôlant la déformation du magnésium à chaud. Autre. Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2010. Français. NNT : 2010EMSE0580 . tel-00611616

**HAL Id: tel-00611616**

**<https://theses.hal.science/tel-00611616v1>**

Submitted on 26 Jul 2011

**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.

NNT : 2010 EMSE 0580

## THÈSE

présentée par

Adrien CHAPUIS

pour obtenir le grade de  
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et génie des Matériaux

## ETUDE DES MECANISMES CONTROLANT LA DEFORMATION DU MAGNESIUM A CHAUD

soutenue à Saint-Etienne, le 18 octobre 2010

### Membres du jury

Président :	Jean-Jacques BLANDIN	Directeur de Recherche, SIMAP, INP Grenoble
Rapporteurs :	Bevis HUTCHINSON	Professeur, SWEREA-KIMAB, Stockholm
	Francis Wagner	Professeur, LETAM, Metz
Examineur :	Nadine SPATH	Ingénieur, SNECMA, Gennevilliers
Directeur de thèse :	Julian DRIVER	Directeur de Recherche, ENSM Saint-Etienne

**Spécialités doctorales :**

SCIENCES ET GENIE DES MATERIAUX  
 MECANIQUE ET INGENIERIE  
 GENIE DES PROCEDES  
 SCIENCES DE LA TERRE  
 SCIENCES ET GENIE DE L'ENVIRONNEMENT  
 MATHEMATIQUES APPLIQUEES  
 INFORMATIQUE  
 IMAGE, VISION, SIGNAL  
 GENIE INDUSTRIEL  
 MICROELECTRONIQUE

**Responsables :**

J. DRIVER Directeur de recherche – Centre SMS  
 A. VAUTRIN Professeur – Centre SMS  
 G. THOMAS Professeur – Centre SPIN  
 B. GUY Maître de recherche – Centre SPIN  
 J. BOURGOIS Professeur – Centre SITE  
 E. TOUBOUL Ingénieur – Centre G2I  
 O. BOISSIER Professeur – Centre G2I  
 JC. PINOLI Professeur – Centre CIS  
 P. BURLAT Professeur – Centre G2I  
 Ph. COLLOT Professeur – Centre CMP

**Enseignants-chercheurs et chercheurs autorisés à diriger des thèses de doctorat (titulaires d'un doctorat d'État ou d'une HDR)**

AVRIL	Stéphane	MA	Mécanique & Ingénierie	CIS
BATTON-HUBERT	Mireille	MA	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BENABEN	Patrick	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CMP
BERNACHE-ASSOLLANT	Didier	PR 0	Génie des Procédés	CIS
BIGOT	Jean-Pierre	MR	Génie des Procédés	SPIN
BILAL	Essaïd	DR	Sciences de la Terre	SPIN
BOISSIER	Olivier	PR 1	Informatique	G2I
BORBELY	Andras	MR	Sciences et Génie des Matériaux	SMS
BOUCHER	Xavier	MA	Génie Industriel	G2I
BOUDAREL	Marie-Reine	PR 2	Génie Industriel	DF
BOURGOIS	Jacques	PR 0	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BRODHAG	Christian	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
BURLAT	Patrick	PR 2	Génie industriel	G2I
COLLOT	Philippe	PR 1	Microélectronique	CMP
COURNIL	Michel	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
DAUZERE-PERES	Stéphane	PR 1	Génie industriel	CMP
DARRIEULAT	Michel	IGM	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DECHOMETS	Roland	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
DESRAYAUD	Christophe	MA	Mécanique & Ingénierie	SMS
DELAFOSSÉ	David	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
DOLGUI	Alexandre	PR 1	Génie Industriel	G2I
DRAPIER	Sylvain	PR 2	Mécanique & Ingénierie	SMS
DRIVER	Julian	DR 0	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FEILLET	Dominique	PR 2	Génie Industriel	CMP
FOREST	Bernard	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	CIS
FORMISYN	Pascal	PR 1	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
FORTUNIER	Roland	PR 1	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
FRACZKIEWICZ	Anna	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GARCIA	Daniel	MR	Génie des Procédés	SPIN
GIRARDOT	Jean-Jacques	MR	Informatique	G2I
GOEURIOT	Dominique	MR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
GRAILLOT	Didier	DR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
GROSSEAU	Philippe	MR	Génie des Procédés	SPIN
GRUY	Frédéric	MR	Génie des Procédés	SPIN
GUY	Bernard	MR	Sciences de la Terre	SPIN
GUYONNET	René	DR	Génie des Procédés	SPIN
HERRI	Jean-Michel	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
INAL	Karim	PR 2	Microélectronique	CMP
KLÖCKER	Helmut	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
LAFOREST	Valérie	CR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
LERICHE	Rodolphe	CR CNRS	Mécanique et Ingénierie	SMS
LI	Jean-Michel	EC (CCI MP)	Microélectronique	CMP
LONDICHE	Henry	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
MALLIARAS	George Grégory	PR 1	Microélectronique	CMP
MOLIMARD	Jérôme	MA	Mécanique et Ingénierie	SMS
MONTHEILLET	Frank	DR 1 CNRS	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
PERIER-CAMBY	Laurent	PR 2	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Christophe	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PIJOLAT	Michèle	PR 1	Génie des Procédés	SPIN
PINOLI	Jean-Charles	PR 0	Image, Vision, Signal	CIS
STOLARZ	Jacques	CR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
SZAFNICKI	Konrad	MR	Sciences & Génie de l'Environnement	SITE
THOMAS	Gérard	PR 0	Génie des Procédés	SPIN
TRIA	Assia		Microélectronique	CMP
VALDIVIESO	François	MA	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
VAUTRIN	Alain	PR 0	Mécanique & Ingénierie	SMS
VIRICELLE	Jean-Paul	MR	Génie des procédés	SPIN
WOLSKI	Krzysztof	DR	Sciences & Génie des Matériaux	SMS
XIE	Xiaolan	PR 1	Génie industriel	CIS

**Glossaire :**

PR 0 Professeur classe exceptionnelle  
 PR 1 Professeur 1<sup>ère</sup> catégorie  
 PR 2 Professeur 2<sup>ème</sup> catégorie  
 MA(MDC) Maître assistant  
 DR Directeur de recherche  
 Ing. Ingénieur  
 MR(DR2) Maître de recherche  
 CR Chargé de recherche  
 EC Enseignant-chercheur  
 IGM Ingénieur général des mines

**Centres :**

SMS Sciences des Matériaux et des Structures  
 SPIN Sciences des Processus Industriels et Naturels  
 SITE Sciences Information et Technologies pour l'Environnement  
 G2I Génie Industriel et Informatique  
 CMP Centre de Microélectronique de Provence  
 CIS Centre Ingénierie et Santé

NNT : 2010 EMSE 0580

## THÈSE

présentée par

Adrien CHAPUIS

pour obtenir le grade de  
Docteur de l'École Nationale Supérieure des Mines de Saint-Étienne

Spécialité : Sciences et génie des Matériaux

## ETUDE DES MECANISMES CONTROLANT LA DEFORMATION DU MAGNESIUM A CHAUD

soutenue à Saint-Etienne, le 18 octobre 2010

### Membres du jury

Président :	Jean-Jacques BLANDIN	Directeur de Recherche, SIMAP, INP Grenoble
Rapporteurs :	Bevis HUTCHINSON	Professeur, SWEREA-KIMAB, Stockholm
	Francis Wagner	Professeur, LETAM, Metz
Examineur :	Nadine SPATH	Ingénieur, SNECMA, Gennevilliers
Directeur de thèse :	Julian DRIVER	Directeur de Recherche, ENSM Saint-Etienne



## Remerciements

La thèse fut pour moi l'occasion d'expériences enrichissantes, aussi bien humaines que scientifiques.

Je tiens à remercier tout d'abord mon directeur de thèse, Julian DRIVER, pour son aide et son soutien tout au long de la thèse, et grâce à qui ce manuscrit a été si complet et si claire. Merci aux membres du jury qui se sont intéressés à mon travail et sont venus de loin pour m'écouter. Je remercie aussi les différents professeurs de l'école qui m'ont formé et avec qui j'ai échangé. Je tiens aussi à remercier les techniciens et ingénieurs de l'école, Marilyne MONDON pour l'élaboration des monocristaux, Séverine GIRARD-INSARDI pour les essais mécaniques, Gilles BLANC et Prisca LEVEQUE pour la préparation en métallographie et les observations optiques, Paul JOUFFREY et Sergio SAO-JOAO pour le MEB et l'EBSD. Merci aussi à l'atelier et à Marc ROBERT pour la préparation des échantillons et le soudage du magnésium. Merci aux filles de la rotonde, Emilie, Clémentine et Emilie, grâce à qui j'ai pris confiance en moi à l'oral. Je remercie bien sur mes amis et collègues de travail pour leur aide et leur bonne humeur, tout au long de ma thèse, et en particulier Sandrine, Fabrice, Alban et Adhish. Je remercie la société Magnesium Elektron qui nous a fourni une plaque d'AZ31. Et enfin je remercie les professeurs et doctorants de Tsinghua university, et en particulier Andy GODFREY avec qui le travail va certainement se poursuivre.



## **Sommaire :**

<b><i>Introduction</i></b>	p1
<b><i>Chapitre I : Etude Bibliographique</i></b>	p5
<b><i>Chapitre II : Modélisation micromécanique</i></b>	p29
<b><i>Chapitre III : Procédures expérimentales</i></b>	p41
<b><i>Chapitre IV : Déformation de monocristaux de Mg en compression plane</i></b>	p53
<b><i>Chapitre V : évaluation des CRSS</i></b>	p95
<b><i>Chapitre VI : Essais sur l'alliage AZ31</i></b>	p105
<b><i>Conclusion générale</i></b>	p127
<b><i>Bibliographie</i></b>	p131
<b><i>Annexes</i></b>	p135



## **Introduction**

Le magnésium est utilisé industriellement depuis les années 1940, mais en grande partie sous forme moulée. Depuis une dizaine d'années on s'intéresse de nouveau au magnésium pour des applications impliquant une mise en forme par déformation plastique – en vue d'une amélioration de ses propriétés. Notre travail s'inscrit dans cette évolution récente.

La production de magnésium est économiquement intéressante : il est relativement abondant, exploité à partir de minerais (magnésite, dolomite, ou carnallite) ou par électrolyse de l'eau. Aujourd'hui la production mondiale se monte à 400 000 tonnes par an.

Les principales régions productrices de magnésium sont la Chine et l'Amérique du nord. Aujourd'hui la principale usine occidentale est US Magnesium, situé près de Salt Lake City, dans l'état de l'Utah, qui produit le magnésium par réduction électrolytique des ions de l'eau du grand lac salé. Auparavant, la plus grosse usine, appartenant au groupe norvégien Norsk Hydro, se trouvait au Canada à Bécancour mais a fermée en automne 2007. Le magnésium y était produit à partir de magnésite  $MgCO_3$  dissous dans de l'acide chlorhydrique  $HCl$  puis réduit par décomposition électrolytique. En Chine le magnésium est principalement produit à partir de la dolomite ( $CaCO_3-MgCO_3$ ), par le procédé Pidgeon, processus silico-thermique mis au point en 1942 par les Alliés : cette technique est très énergivore et dégage beaucoup de  $CO_2$ .

La production industrielle et commerciale de magnésium a été lancée en 1909 par une compagnie allemande, la Chemische Fabrik Griesheim Elektron, qui le produisait par une méthode électrolytique. L'utilisation importante du magnésium date de la seconde guerre mondiale, surtout dans l'aéronautique, mais son utilisation massive dans ce domaine a été freinée à cause de son inflammabilité. Aujourd'hui, avec la crise énergétique, l'ensemble du secteur des transports est fortement intéressé par les métaux légers.

Le magnésium est un des métaux de structure les plus légers, avec une densité relative de 1,7 ; alors que l'aluminium a une densité de 2,7. Les alliages de magnésium trouvent tout leur intérêt lorsqu'on recherche un bon rapport entre solidité ou rigidité, et poids. Ils sont actuellement plutôt employés sous forme moulée pour fabriquer des pièces légères dans les transports, mais on cherche à l'utiliser sous forme corroyée, donc plus résistante.

Par exemple, dans l'automobile l'alliage AZ91 (voir tableau 0.1 pour la composition) est utilisé pour les carters de transmission ; les alliages AM50 et AM60 sont utilisés pour les

tableaux de bord, admissions, couvercles culasses et composants de direction. Certains véhicules de tourisme contiennent jusqu'à 14 kg de magnésium, la Coccinelle de Volkswagen conçue en 1936 en utilisait 20 kg. Pour les applications nécessitant de meilleures propriétés mécaniques à plus hautes températures, comme pour les avions civils et militaires, les hélicoptères, les alliages ZE43 ou WE43 sont utilisés. Certains composants de satellites sont en alliage de magnésium, entre autre en AZ31. Les alliages ZE41 et ZK60 avec du zirconium (qui est un affineur de grains) sont de plus en plus utilisés pour leur bonne formabilité, et l'alliage AZ31 peut être mis en forme par superplasticité.

Le magnésium est également utilisé dans les technologies de l'information et de la communication, par exemple pour fabriquer la carcasse des ordinateurs portables ou des mobiles, où on l'apprécie pour sa bonne conductivité thermique (par rapport aux plastiques), pour la protection électromagnétique qu'il offre et par le fait qu'il est recyclable.

Aujourd'hui on cherche à utiliser de nouveau le magnésium dans l'aviation, non plus pour la carlingue, mais pour les sièges et les pièces internes, le principal inconvénient des alliages de magnésium étant leur tenue à la corrosion et non plus leur inflammabilité.

Les autres inconvénients du magnésium et de ses alliages sont leur fragilité à température ambiante, et, pour les matériaux corroyés, leur anisotropie. Ce dernier problème est une conséquence de la forte texture induite par la déformation plastique à chaud (par exemple le laminage) lors de leur transformation. En effet le Mg est un métal de structure cristalline hexagonale qui se déforme par glissement et maclage mais dont le nombre de systèmes de glissement disponible à l'ambiante est très limité, réduisant fortement la ductilité.

Notre travail s'intéresse à ces aspects fondamentaux des propriétés mécaniques, et plus précisément, à l'influence de la température sur les mécanismes de la déformation en mise en forme. Nous nous sommes attachés à une étude systématique de ces mécanismes, notamment sur les monocristaux orientés en fonction de la température, pour mieux prévoir le comportement du Mg polycristallin.

La thèse fait partie d'un projet du programme de recherches avancées (PRA) soumis et cofinancé par l'AFCRST, une association franco-chinoise promouvant la collaboration scientifique entre les deux pays. Cette collaboration concerne le Centre SMS (département MPM) de l'EMSE et deux établissements chinois, les Départements Matériaux de l'Université Tsinghua (Beijing) et de l'Université de Chongqing. Dans le cadre de cette collaboration nous sommes chargés de l'étude fondamentale portant sur la déformation du magnésium pur et monocristallin, alors que l'équipe chinoise travaille sur l'AZ31 texturé ;

nous étions amenés à faire plusieurs échanges de professeurs et de doctorants au cours de ce travail.

alliage	Composition (% massique)
AZ31	3% Al ; 1% Zn ; 0.3% Mn
AZ91	9.5% Al ; 0.5% Zn ; 0.3% Mn
AM50	5% Al ; 0.5% Mn
AM60	6% Al ; 0.5% Mn
ZE41	4% Zn ; 1% RE ; 0.5% Zr
ZE43	4% Zn ; 3% RE ; 0.5% Zr
WE43	4% Y ; 3% Nd ; 0.5% Zr
ZK60	6% Zn ; 0.6% Zr

Tableau 0.1 : tableau de composition des alliages typiques de Mg



## Chapitre I : Etude Bibliographique

### 1) La maille hexagonale compacte et les repères

Nous commencerons par une brève présentation de la maille hexagonale compacte, avec les conventions cristallographiques qui sont utilisées ici pour définir l'orientation des cristaux.

*La maille hexagonale compacte :*

La structure hexagonale est un empilement compact de plans denses suivant la séquence ABAB (figure 1.1).

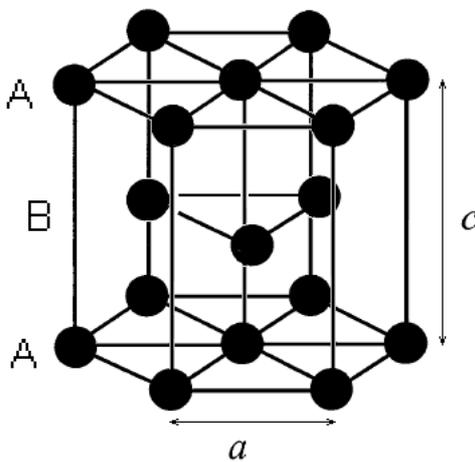


Figure 1.1 : Structure hexagonale

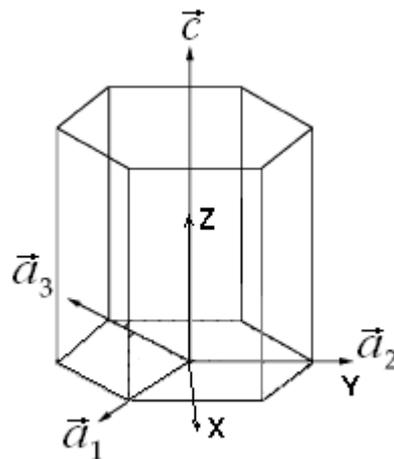


Figure 1.2: repère du cristal

Ce plan dense s'appelle plan basal et la distance entre les atomes de plus proches voisins dans ce plan est notée  $a$ , dans le cas du magnésium  $a = 3,2030 \text{ \AA}$  ; la distance séparant deux plans de base identiques (par exemple deux plans A, séparés par un plan B) est notée  $c$  ; pour le magnésium  $c = 5,2002 \text{ \AA}$ .

La compacité d'un métal à maille hexagonale s'évalue par la valeur du rapport  $c/a$ , dans le cas de l'empilement idéal de sphères dures, ce rapport vaut  $\sqrt{8/3}=1,633$  ; en réalité il varie entre 1,568 pour le béryllium et 1,886 pour le cadmium, le magnésium étant proche du cas idéal avec 1,624.

*Les repères associés :*

Les conventions cristallographiques retenues pour désigner les plans et les vecteurs sont les indices de Miller Bravais définis dans le repère hexagonal à 4 axes  $\mathbf{a}_1 = [2\bar{1}\bar{1}0]$ ,  $\mathbf{a}_2 = [\bar{1}2\bar{1}0]$ ,  $\mathbf{a}_3 = [\bar{1}\bar{1}20]$ ,  $\mathbf{c} = [0001]$  (OTTE et CROCKER, 1965). On a aussi représenté

(figure 1.2) le repère orthonormé direct ( $X_c Y_c Z_c$ ) associé à la maille, appelé aussi repère du cristal :  $X_c = [10\bar{1}0]/(a\sqrt{3})$  ;  $Y_c = [\bar{1}2\bar{1}0]/(3a)$  ;  $Z_c = [0001]/c$ . Il servira par la suite pour les calculs et la définition des angles d'Euler.

Pour connaître l'orientation des cristaux dans le repère de la machine d'essais mécaniques ou pour pouvoir parler de texture, on utilise le repère du channel-die ou repère de l'échantillon qui est le repère de laminage :  $X=DL$  (RD) étant la direction de laminage où l'écoulement est libre ;  $Y=DT$  (TD) la direction transverse où le déplacement est nul ;  $Z=DN$  (ND) la direction normale ou de compression.

Les 3 angles d'Euler ( $\phi_1 \Phi \phi_2$ ) sont utilisés avec la convention de Bunge pour décrire l'orientation du cristal dans le repère de l'échantillon. Ces 3 angles, exprimés en degrés, correspondent à 3 rotations successives, dont il faut bien respecter l'ordre, l'axe et la direction pour visualiser l'orientation du cristal par rapport au repère de référence (laboratoire, channel die, EBSD).  $\phi_1$  est la rotation du cristal autour de  $Z$ ,  $\Phi$  la rotation autour de  $X'$ , position intermédiaire de  $X_c$ , et  $\phi_2$  est la rotation autour de  $Z_c$ . Un cristal d'orientation (0 0 0) a donc les axes de son repère qui se confondent avec les axes du repère de référence.

Compte tenu des symétries de la maille, pour un même cristal fixé à un repère (laboratoire, plaque laminé), il est possible de définir 12 repères du cristal différents, associés à autant de triplets d'angles d'Euler, mais parmi tous ces triplets un seul répond aux conditions suivantes :  $0 \leq \phi_1 < 180$ ,  $0 \leq \Phi < 180$ ,  $0 \leq \phi_2 < 60$ .

Pour une présentation approchée des textures cristallographiques en termes du repère du procédé, il existe aussi la convention des plans de Miller ; par exemple un cristal orienté (0,0,0) en angles d'Euler, aura comme orientation dans la convention laminage  $\{0001\} \langle 10\bar{1}0 \rangle$ , où  $\{0001\}$  est le plan de compression, et  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$  la direction de laminage.

Le repère du cristal utilisé (Fig 1.2) est le même que celui de Cheneau-Späth (1996) [1] et de Francillette (1997) [2]. Notons que quelques auteurs utilisent un repère avec  $X_c = [2\bar{1}\bar{1}0]$ .

## 2) Mécanismes de déformation

Chaque métal de structure hexagonale possède un système de glissement facile, appelé aussi principal, qui est soit le glissement basal comme pour le magnésium et le zinc, soit le glissement prismatique comme pour le titane et le zirconium. D'autres systèmes de glissement existent, dits secondaires car inactifs à certaines températures et avec des contraintes de cisssion résolue critique (CRSS = 'critical resolved shear stress') plus élevées.

Pour le magnésium ces systèmes secondaires sont les glissements prismatique, pyramidal I et pyramidal II (figure 1.3). Notons dès à présent que la direction associée aux glissements basal, prismatique et pyramidal I est déterminée par des dislocations de vecteur de Burgers  $\vec{a}$ , alors que le glissement pyramidal II est associé à un vecteur de Burgers  $\vec{c}+\vec{a}$ , il est donc le seul à permettre une déformation selon l'axe  $\vec{c}$ .

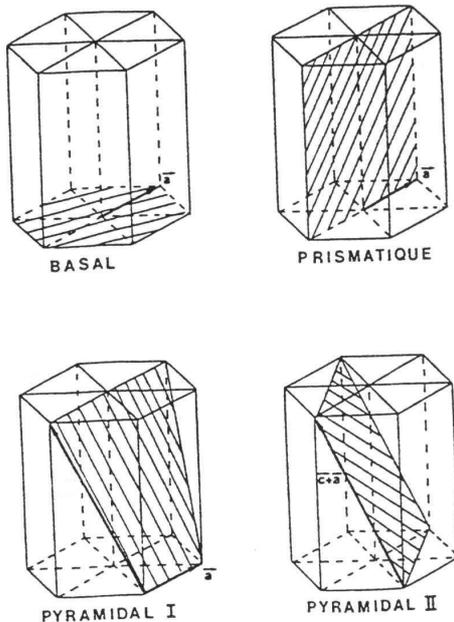


Figure 1.3 : systèmes de glissement dans la structure hexagonale compacte (d'après COURET, 1985)

Matériau	c/a	Glissement principal
Béryllium	1,568	Basal
Hafnium	1,581	Prismatique
Titane	1,588	Prismatique
Zirconium	1,593	Prismatique
Cobalt	1,624	Basal
Magnésium	1,624	Basal
Zinc	1,856	Basal
Cadmium	1,886	Basal

Tableau 1.1 Valeurs des rapports  $c/a$  et mode de déformation dominant pour les métaux hexagonaux

Il est aujourd'hui admis qu'il existe 4 modes de glissement et 3 modes de maclage qui permettent au magnésium de se déformer. Ces modes sont rappelés dans le tableau 1.2 avec les conventions habituelles : le système de glissement est décrit par le plan (ou la famille de plans) dans lequel (laquelle) les dislocations se déplacent, puis la famille de direction du vecteur de Burgers. Pour décrire le maclage, on donne d'abord la famille des plans de maclage, puis la famille de direction du cisaillement.

Glissement	Maclage
basal (0001) $\langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	de traction $\{10\bar{1}2\} \langle \bar{1}011 \rangle$
prismatique $\{10\bar{1}0\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	de compression $\{10\bar{1}1\} \langle 10\bar{1}\bar{2} \rangle$
pyramidal I $\{10\bar{1}1\} \langle \bar{1}2\bar{1}0 \rangle$	de compression $\{10\bar{1}3\} \langle 30\bar{3}\bar{2} \rangle$
pyramidal II $\{\bar{1}2\bar{1}2\} \langle \bar{1}2\bar{1}\bar{3} \rangle$	

Tableau 1.2 Systèmes de glissement et de maclage du Magnésium

### 3) Description du maillage

Le maillage est un système de déformation très courant dans les hexagonaux et qui est souvent très actif à froid pour pallier le manque de systèmes de glissement. Rappelons que selon Von Mises [3] il faut cinq systèmes de glissement indépendants pour pouvoir subir une déformation plastique arbitraire. Le glissement basal du Mg n'offrant que 2 systèmes indépendants, le maillage est donc un mécanisme important de déformation de ce métal (et d'autres métaux hexagonaux)

Dans le maillage mécanique, une partie de la matrice cisaille de manière homogène en réponse à une contrainte mécanique, de telle sorte que l'orientation de la matrice dans la partie maillée est l'image miroir de celle de la matrice (figures 1.4 et 1.5).

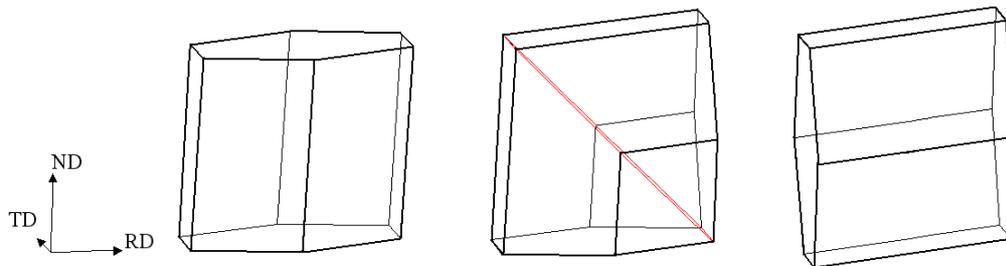


Figure 1.4 : schéma du maillage  $\{10\bar{1}2\}$ , représentation d'une maille élémentaire maillée

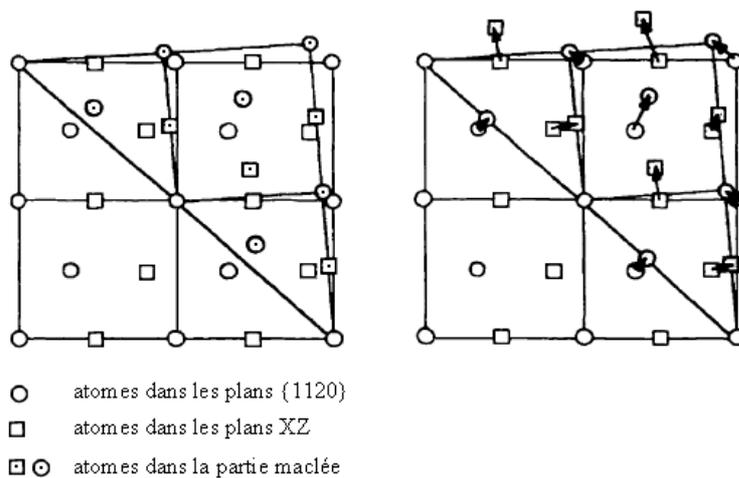


Figure 1.5 : schéma d'une macle  $(1\bar{1}02)$ , projection des atomes dans le plan  $(11\bar{2}0)$

Un système de maillage est entièrement décrit par un plan et un vecteur.

Le maillage est décrit par le plan K1 qui sépare la partie maillée (souvent appelée partie fille) de la partie non maillée (partie parent), ce plan est aussi le plan de symétrie cristalline entre

les deux parties. La direction du maillage est donnée par le vecteur  $\vec{n}_1$  ; ce vecteur a un seul sens, car le maillage est unidirectionnel, c'est-à-dire qu'il n'est activé que lorsque la contrainte de cisaillement a un certain sens. Le déplacement de tout plan à l'intérieur de la partie maillée est proportionnel à sa distance à K1. Le maillage conduit à une réorientation brutale de la maille du cristal maillé.

Notons que généralement, pour simplifier, on appelle un système de maillage par son plan K1. On peut aussi parfois, pour décrire un peu plus un système de maillage, faire référence au plan K2 qui est un plan virtuel associé au cisaillement, et au vecteur  $\vec{n}_2$  ; par exemple pour le maillage  $\{10\bar{1}1\}$  le plan K2 est  $\{\bar{1}013\}$ .

On retrouve dans la bibliographie des informations complémentaires sur ces systèmes de maillage, mais on peut rappeler ici les principales données : pour le Magnésium le maillage  $\{10\bar{1}2\}$  a un cisaillement de 0,1289 et la matrice est réorientée de  $86,31^\circ$  autour de l'axe  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$  ; le maillage  $\{10\bar{1}1\}$  a un cisaillement de 0,1377 et la matrice est réorientée de  $123,86^\circ$  ; le maillage  $\{10\bar{1}3\}$  a aussi un cisaillement de 0,1377 et la matrice est réorientée de  $64,02^\circ$ .

#### 4) Déformation plastique de monocristaux de Mg

Nous commençons par une synthèse des publications portant sur les études expérimentales de la déformation de monocristaux de magnésium. En effet, ces expériences avaient entre autre pour objectif de mesurer les cisaillements résolus critiques des différents systèmes de cisaillement et de maillage, ce qui est l'un des objectifs de cette thèse.

La déformation de monocristaux de magnésium pur a été étudiée par quelques grands noms de la plasticité cristalline, notamment par Schmid (1935) [4]. Nous avons choisi de rapporter ces résultats par ordre chronologique, en commençant par des études des années 50-60 basées sur des observations en microscopie optiques (avec orientations par RX), suivies dans les années 70-90 par des travaux en microscopie électronique en transmission (MET).

En 1952 Burke et Hibbard [5] publient une étude de la déformation en traction à température ambiante de monocristaux de différentes orientations. Pour chaque monocristal, ils ont dessiné la limite d'élasticité en fonction du facteur de Schmid,  $\cos \lambda_0 \sin \chi_0$ , où  $\lambda_0$  est l'angle initial entre l'axe  $\vec{a}$  du glissement basal actif et l'axe de traction, et  $\chi_0$  est l'inclinaison initiale du plan basal par rapport à l'axe de traction (Figure 1.6). Ils mesurent

ainsi une cisssion résolue critique pour le glissement basal de 0,46 MPa, soit 2 fois moins que Schmid. Pour un cristal dont la désorientation entre le plan (0001) et l'axe de traction est de  $6^\circ$ , et entre le vecteur  $[10\bar{1}0]$  et l'axe de traction est de  $14^\circ$ , (soit en angles d'Euler 0 84 43), ils observent des lignes sur un plan  $(10\bar{1}1)$ , et concluent à du glissement pyramidal I. Mais ils n'ont pu identifier la direction du glissement et leur valeur de CRSS pour le glissement pyramidal de 0,52 MPa est plus que douteuse.

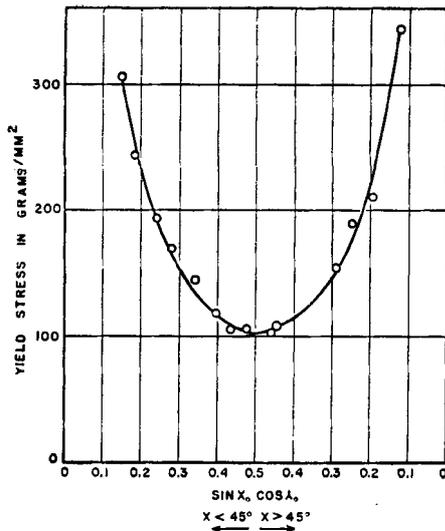


Figure 1.6 : dépendance de la limite d'élasticité avec l'orientation des monocristaux [3]

Par la suite Reed-Hill et Robertson [6] puis Reed-Hill [7] étudient les mécanismes de la déformation en traction de cristaux de Mg en fonction de la température. Pour un cristal dont l'axe de traction est proche de  $[10\bar{1}0]$  Reed-Hill et Robertson affirment observer des lignes de glissement sur un plan  $\{11\bar{2}2\}$  à  $-190^\circ\text{C}$ , mais pas à 25, 150 et  $286^\circ\text{C}$ . Ils en concluent qu'ils ont affaire à du glissement pyramidal II (notons que ces auteurs concluent que la direction du glissement est  $\bar{c}$ , mais par la suite d'autres auteurs ont trouvé  $\bar{c} + \bar{a}$ ). Pour un monocristal avec un angle de  $85^\circ$  entre l'axe de traction et  $[0001]$ , et de  $18^\circ$  entre l'axe de traction et la direction  $[10\bar{1}0]$ , ils disent observer à  $25^\circ\text{C}$  du glissement pyramidal I, sur les plans  $\{10\bar{1}1\}$ . Face à la très faible ductilité de leurs échantillons, ils concluent que les glissements prismatiques et pyramidaux ne permettent pas de déformer plastiquement le magnésium à température ambiante.

Reed-Hill [7] a repris une première étude de maclage des cristaux dans les mêmes conditions. Les macles sont identifiées d'après leur inclinaison, et la présence de bandes de glissement permet de déterminer l'orientation du plan basal. Il observe des macles de type

$\{10\bar{1}3\}$  et  $\{10\bar{1}1\}$  avec, à 150°C, une prédominance de macles  $\{10\bar{1}3\}$  qui sont plus nombreuses et plus larges. Pour ces deux types de macles primaires, presque toute l'intérieure des bandes maclées est re-maclée ('retwinned') par des macles  $\{10\bar{1}2\}$ , on parle alors de double maillage ('double twinning'). Les bandes parallèles aux plans  $\{30\bar{3}4\}$ , reportées précédemment, sont en fait des macles  $\{10\bar{1}1\}$  qui ont aussi subi ce phénomène de double maillage. Ces bandes maclées restent relativement fines. Il avance l'hypothèse que les parties maclées ne grandissent pas car le joint de macle résultant du double maillage est incohérent.

L'influence de l'activation thermique sur le glissement prismatique est étudiée par Flynn *et al.* [8] au moyen d'essais de traction sur monocristaux d'axe de traction à 15° de  $[10\bar{1}0]$ , soit (0 90 15).

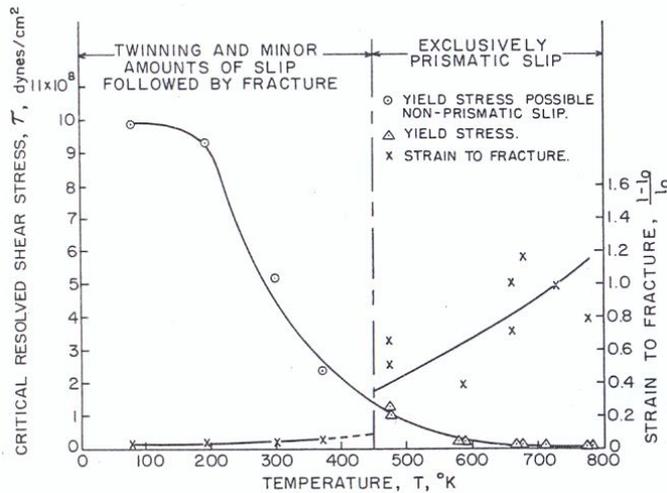


Figure 1.7 : CRSS du glissement prismatique en fonction de la température, d'après [8]

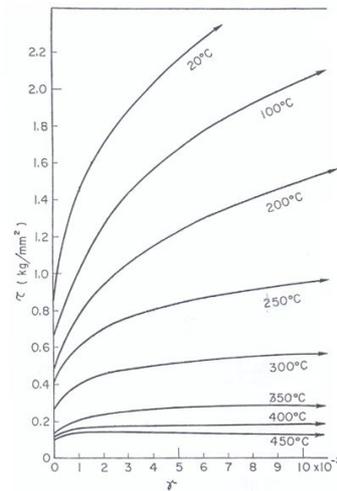


Figure 1.8: contraintes d'écoulement du glissement prismatique à différentes températures [9]

Ils évaluent les cisssions résolues critiques pour le glissement prismatique à 11 MPa à 200°C et 2 MPa à 300°C (Figure 1.7). Ils disent observer du maillage  $\{10\bar{1}2\}$  en deçà de 180°C, mais ce résultat nous semble étrange car ce type de maillage n'est pas attendu pour un tel état de contrainte. Leur étude, menée à différents taux de déformation et différentes vitesses de déformation, montre que le glissement prismatique est thermiquement activé et le mouvement des dislocations est contrôlé par du glissement dévié.

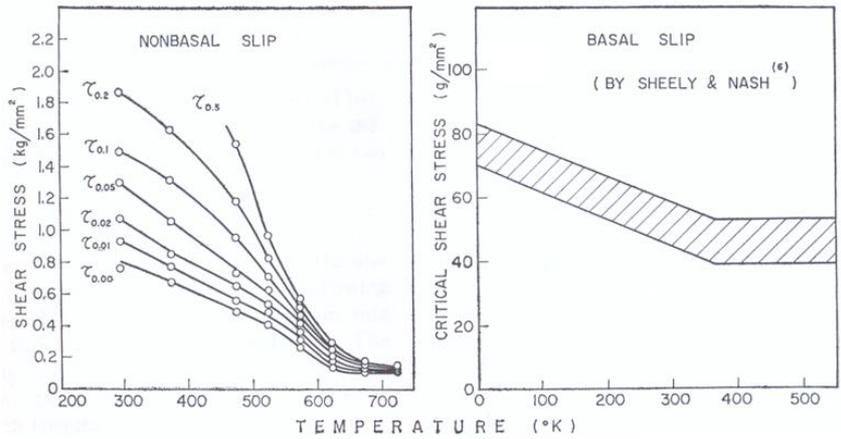


Figure 1.9 : contrainte d'écoulement (à différents % de déformations) du glissement prismatique [9], et du glissement basal (d'après Sheely et Nash)

Le problème de l'influence de la température sur le glissement est traité également par Yoshinaga et Horiuchi [9] à l'aide de tests de traction sur des monocristaux d'orientation (0 90 5), soit un angle de 5° entre l'axe de traction et  $[\bar{1}2\bar{1}0]$  (Figure 1.8). D'après la forme onduleuse des lignes de glissement, ils déduisent qu'il y a beaucoup de glissement prismatique mais aussi un peu de glissement pyramidal I à haute température. Les cissions résolues critiques ont été calculées à différentes déformations pour tenir compte de l'écroutissage, d'autant plus important que la température est basse. Nous avons sélectionné pour la synthèse la cission résolue critique à 0,2% de déformation (Figure 1.9).

Test temp. (°C)	Yield stress (kg/mm <sup>2</sup> )	Orientation factor	Critical resolved shear stress (kg/mm <sup>2</sup> )
r. t.	27.5	0.33 $\{10\bar{1}5\}$ twin 0.42 $\{10\bar{1}1\}$	9.1 11.6
100	15.5	0.42 $\{10\bar{1}1\}$	6.5
200	6.0	0.42 $\{10\bar{1}1\}$ 0.45 $\{10\bar{1}3\}$	2.5 2.7
300	3.7	0.42 $\{10\bar{1}1\}$ 0.45 $\{10\bar{1}3\}$	1.6 1.7
400	1.7	0.42 $\{10\bar{1}1\}$	0.7

Figure 1.10 : tableau des CRSS pour le maillage de compression [10]

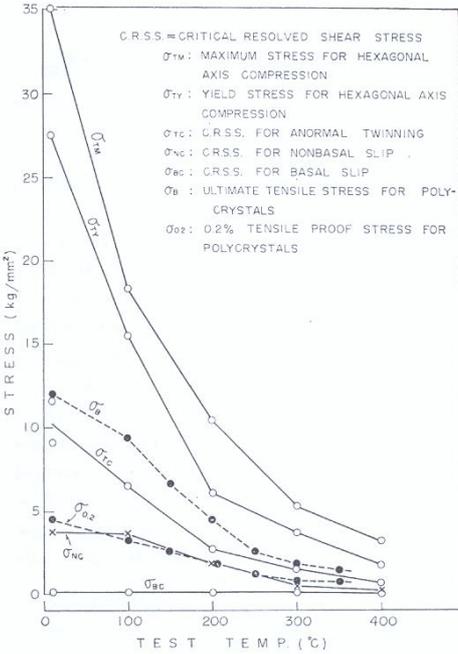


Figure 1.11: CRSS du maillage de compression et comparaison [10]

Ces mêmes auteurs [10] ont également caractérisé l'influence de la température sur le maillage de cristaux comprimés selon l'axe sénaire  $\bar{c}$ . Les types de maillages ne sont pas clairement identifiés par les auteurs (ils parlent de macles  $\{30\bar{3}4\}$ ,  $\{10\bar{1}4\}$  et  $\{10\bar{1}5\}$ ). Ultérieurement, les auteurs se sont accordés pour dire qu'en fait il s'agissait de macles  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}3\}$ . A haute température ou basse vitesse de déformation ( $10^{-3}/s^{-1}$ ), les macles  $\{10\bar{1}1\}$  prédominent et aucune macle  $\{10\bar{1}3\}$  n'est observée. Ils n'ont pas observé de glissement pyramidale II et concluent qu'à température ambiante sa cission résolue critique est supérieure à 100 MPa.

Les valeurs des cissions résolues critiques pour le maillage de compression  $\{10\bar{1}1\}$ , sont reportées dans les figures 1.10 et 1.11. De toute évidence la contrainte de déformation par maillage de compression est très dépendante de la température.

En 1967 et 1968 deux études [11-12] sont publiées concernant la compression plane bi-encastrée par channel-die de cristaux de Mg, afin de mieux s'approcher des conditions mécaniques du laminage.

D'abord Wonziewicz et Backofen [11] ont caractérisé l'influence de la température entre 20 et 307°C, à une vitesse de  $2.6 \cdot 10^{-3} s^{-1}$ . Sur les échantillons comprimés parallèlement à l'axe  $\bar{c}$ , d'orientations (30, 0, 0) (Figure 1.12) et (0, 0, 0) (Figure 1.13), ils observent optiquement des macles  $\{10\bar{1}1\}$ , en tenant compte du double maillage.

Ils ont aussi observé quelques macles  $\{10\bar{1}3\}$  aux températures intermédiaires.

Les auteurs ont constaté un problème expérimental lié à l'utilisation d'un poinçon pour déformer les échantillons : il y a une tendance à concentrer la déformation et les macles au coin du poinçon. De plus les contraintes résiduelles ont généré des macles  $\{10\bar{1}2\}$  lors du déchargement. La rupture intervient à environ 6% de déformation, après que la contrainte ait atteint un court palier. La contrainte pour le maillage  $\{10\bar{1}1\}$  dépend beaucoup de la température mais ne semble pas respecter la loi de Schmid. Les auteurs ont utilisé le plateau des courbes contraintes-déformation (Figures 1.12 et 1.13) pour déterminer les CRSS correspondantes au maillage ; ce plateau apparaît après le glissement basal des premiers stades de déformation plastique caractérisés par un accroissement quasi-linéaire de la contrainte avec la déformation.

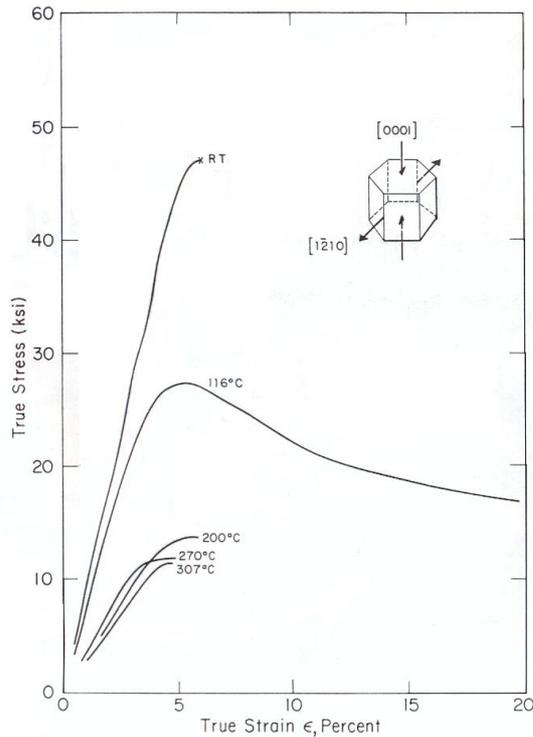


Figure 1.12 : courbes contraintes-déformation pour monocristaux (30 0 0) [111]

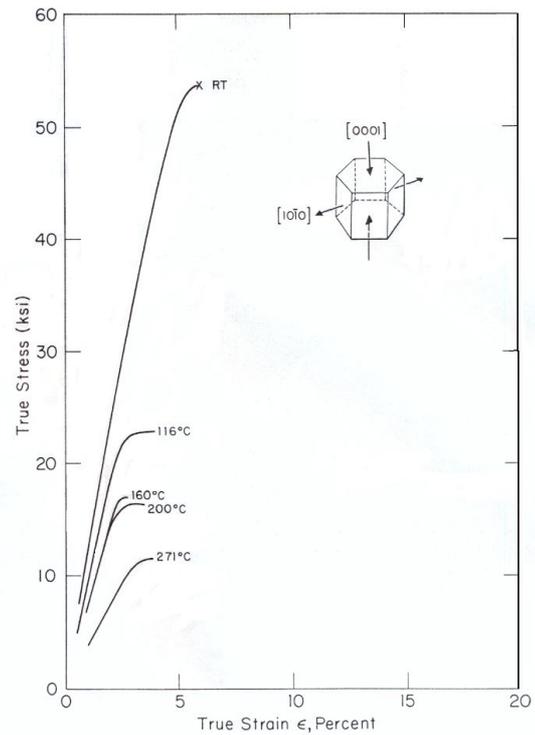


Figure 1.13 : courbes contraintes-déformation pour monocristaux (0 0 0) [111]

Pour les échantillons comprimés perpendiculairement à l'axe  $\vec{c}$  (Figure 1.14 et 1.15), d'orientation (0, 90, 30) et (0, 90, 0), des macles  $\{10\bar{1}2\}$  apparaissent dès le début de la déformation, malgré l'encastrement. La contrainte et le taux de durcissement sont plus élevés dans les cristaux (0, 90, 30) car les macles  $\{10\bar{1}2\}$  ne permettent pas de glissement basal ultérieure, alors que pour l'orientation (0, 90, 0) ces mêmes macles se déforment ensuite par glissement basal. En deçà de 180°C, le double maillage selon  $\{10\bar{1}1\}$  est associé à la partie horizontale des courbes contraintes-déformation, entre 3 et 15% de déformation. Beaucoup de macles  $\{10\bar{1}1\}$  pénètrent des macles  $\{10\bar{1}2\}$ , alors que généralement les joints de macles agissent comme des frontières. La coopération entre ces différents maillages montre la difficulté des glissements prismatique et pyramidal I. Mais au delà de 180°C du glissement prismatique est bien visible sur les échantillons, et à 270°C plus aucun macle  $\{10\bar{1}1\}$  n'est visible ; donc la déformation se fait par glissement, avec une CRSS évaluée à 12 MPa. De ces échantillons ils calculent aussi la CRSS du maillage  $\{10\bar{1}1\}$ , mais les valeurs obtenues sont bien inférieures aux valeurs calculées sur les autres cristaux compressés selon  $\vec{c}$ .

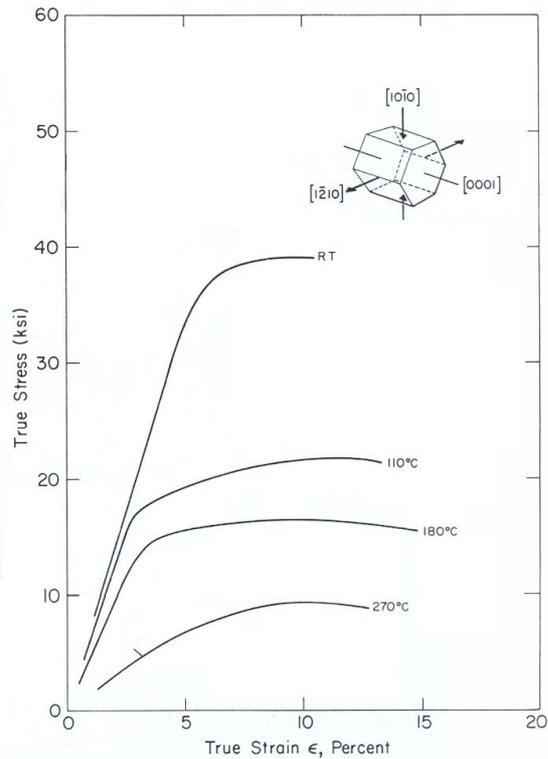


Figure 1.14 : courbes contraintes-déformation pour monocristaux (0 90 30) [11]

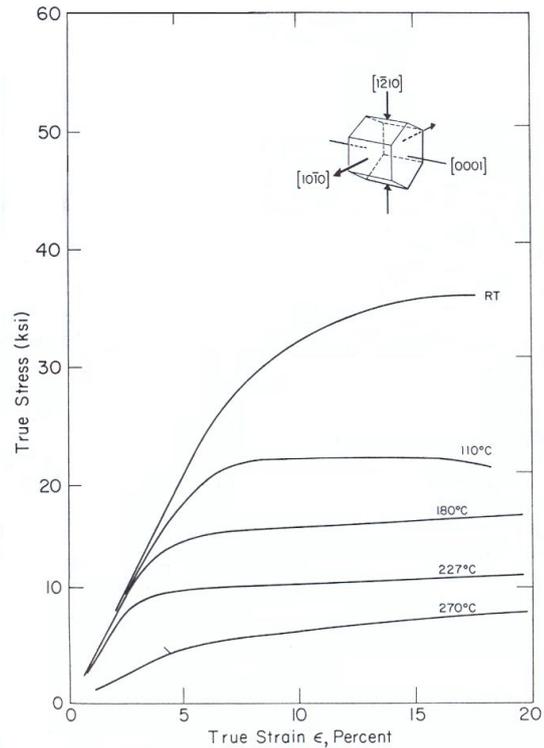


Figure 1.15 : courbes contraintes-déformation pour monocristaux (0 90 0) [11]

Par la suite Kelley et Hosford [12] ont étudié le comportement de 7 orientations de cristaux de magnésium à température ambiante (ainsi qu'un alliage de Mg-Li-Th).

Pour un cristal nommé G (Figure 1.16) d'orientation (90 45 0), dont la déformation peut être entièrement produite par un seul système de glissement basal, la cission résolue critique trouvée est d'environ 1,4 MPa.

En revanche les cristaux d'orientation A (30 0 0) et B (0 0 0) ont un important écrouissage, et au delà d'environ 270 MPa des bandes de maillage  $\{10\bar{1}1\}$  furent observées mais très peu de bandes de maillage  $\{10\bar{1}3\}$ . La fracture suit des plans  $\{11\bar{2}4\}$ .

Pour les cristaux d'orientation C (0 90 30) et D (0 90 0), le cristal se déforme par combinaison de macles  $\{10\bar{1}2\}$  et de bandes  $\{10\bar{1}1\}$ . Le cristal (0 90 30) est légèrement plus dur car les 2 parties maillées selon  $\{10\bar{1}2\}$  ne sont pas favorables au glissement basal. Aucune trace de glissement n'a été trouvée, et donc la cission résolue critique du glissement prismatique doit être supérieure à 60 MPa.

Pour les cristaux d'orientation E (90 90 30) et F (90 90 0), le maillage  $\{10\bar{1}2\}$  se produit de 0 à 6% de déformation sous une cission résolue critique d'environ 7 MPa, ensuite le cristal entièrement maillé se déforme par glissement ; pour le cristal E les macles ont une orientation

proche de  $(90\ 3,7\ 30)$  donc, comme pour le cristal d'orientation B  $(0\ 0\ 0)$ , la contrainte de déformation monte à 350 MPa, des bandes  $\{10\bar{1}1\}$  se forment et le cristal casse. Pour le cristal  $(90\ 90\ 0)$ , les macles ont d'autres orientations, comme  $(7\ 150\ 6)$ , permettant un glissement basal facile.

Les auteurs concluent qu'il n'est pas possible de déterminer la cission résolue critique pour activer le maillage  $\{10\bar{1}1\}$ , mais que les contraintes observées correspondent à l'extension de ces bandes. Sur le graphique de synthèse des CRSS (Figure 1.21) nous reportons les valeurs à 1% de déformation, ce qui est peu précis pour l'évaluation du maillage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  à partir des essais de compression selon  $\bar{c}$ .

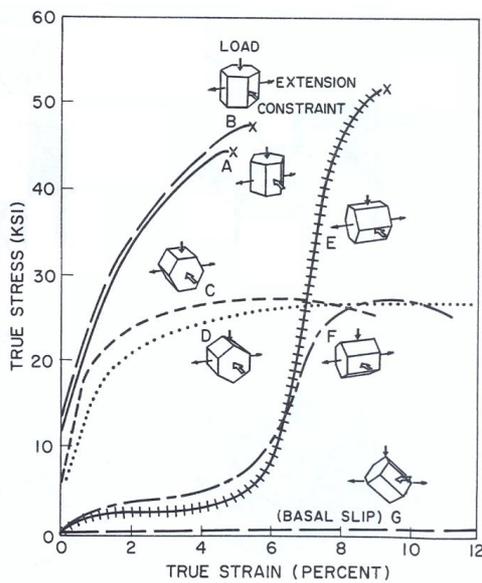


Figure 1.16 : courbes contrainte-déformation pour les 7 orientations [12]

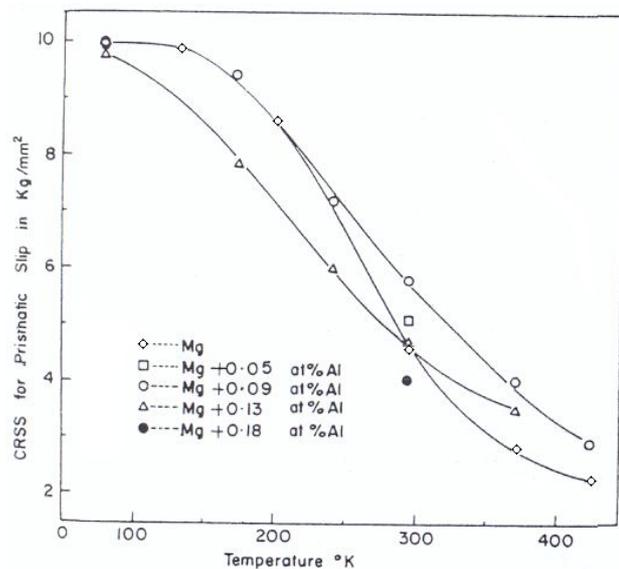


Figure 1.17 : CRSS du glissement prismatique en fonction de la température pour Mg pur et différents alliages Mg-Al [13]

L'influence d'éléments comme l'Al et le Zn sur le comportement de cristaux de Mg en traction à différentes températures a été étudiée par Akhtar et Teghtsoonian [13]. Pour favoriser le glissement prismatique et pyramidal I, tout en supprimant le glissement basal et le maillage de traction  $\{10\bar{1}2\}$ , ils ont pris des monocristaux d'orientation proche de  $(0\ 90\ 10)$ . Pour les additions de Zn comme d'aluminium, la cission résolue critique du glissement prismatique décroît quand la concentration d'élément croît, mais au delà de la température ambiante de très faibles concentrations augmentent la cission résolue critique (Figure 1.17).

La première étude en MET du Mg déformé est due à Stohr et Poirier en 1972 [14]. Des cubes monocristallins sont comprimés selon l'axe  $\bar{c}$  pour activer le glissement pyramidal II.

Ils observent sur les faces des traces de ce système entre  $-196$  et  $177^\circ\text{C}$ , mais à des températures plus élevées, la déformation se concentre dans une bande parallèle au plan  $\{10\bar{1}1\}$ .

Les auteurs observent au MET des dislocations de vecteur de Burgers  $\bar{c} + \bar{a}$  dans des échantillons légèrement déformés ( $10^{-4}$ ) : à  $-73^\circ\text{C}$  ces dislocations forment des petites boucles à caractère vis dominant, alors qu'entre  $77$  et  $157^\circ\text{C}$  ce sont de grandes boucles de dislocations coin allongées dans la direction  $\langle 10\bar{1}0 \rangle$ , car à ces températures la partie vis de ces boucles est très mobile. Ces dislocations sont dissociées dans le plan de base :  $1/3[11\bar{2}3] \rightarrow 1/6[20\bar{2}3] + 1/6[02\bar{2}3]$ , ce qui aurait pour effet de bloquer les parties coin. A plus haute température,  $157^\circ\text{C}$ , des dislocations de vecteur de Burgers  $\bar{c}$  apparaissent, et à  $300^\circ\text{C}$ , où le glissement pyramidal II n'est plus actif, seules des dislocations  $\bar{c}$  ont été observées. A haute température les dislocations  $\bar{c} + \bar{a}$  se dissocieraient en dislocations  $\bar{c}$  et  $\bar{a}$ , les dislocations  $\bar{a}$  s'écoulent très facilement dans le plan de base, laissant les dislocations  $\bar{c}$  immobiles.

Le glissement pyramidal II fait également l'objet de l'étude d'Obara *et al.* [15] afin de mieux définir l'influence de la température sur les cisssions critiques des systèmes  $\{11\bar{2}2\} \langle \bar{1}\bar{1}23 \rangle$ . Par des essais de compression uniaxiale de monocristaux d'orientation comprise entre  $(0, 0, 0)$  et  $(0, 2, 0)$  entre la température ambiante et  $500^\circ\text{C}$  (Figure 1.18), ils définissent les CRSS selon la figure 1.19.

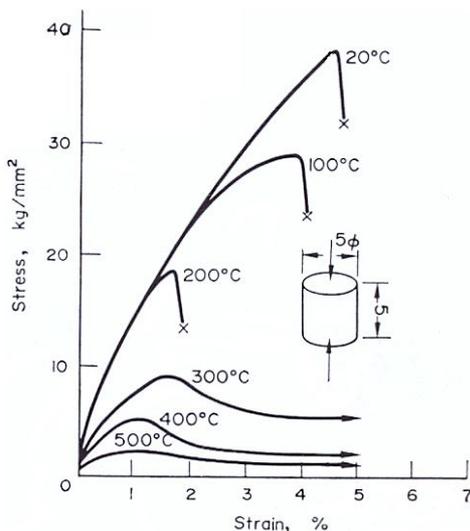


Figure 1.18 : courbes contrainte-déformation pour compression selon  $\bar{c}$  [15]

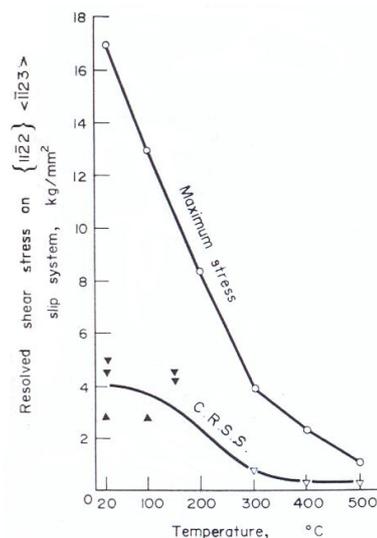


Figure 1.19 : CRSS pour le glissement pyramidal II, et contrainte d'écoulement maximum [15]

De 20 à 200°C la contrainte maximale et la ductilité décroissent ; le fort écrouissage du début de la déformation (jusqu'à 4% à 20°C) est suivi d'une chute brutale de la contrainte et d'une rupture immédiate. L'écrouissage est associé à du glissement pyramidal II observé à la surface d'échantillons. Les observations au MET montrent une grande densité de dislocations et du glissement dévié (simple et double). La chute de la contrainte et la rupture sont associés au maclage de compression. A 300°C et au delà, la contrainte d'écoulement diminue après que le maclage soit apparu, mais le cristal devient plus ductile. Des dislocations  $\langle \bar{1} \bar{1} 23 \rangle$  sont observées situées dans le plan basal, mais seulement à moins de 200°C, car elles sont annihilées à haute température. A basse température, du fait du fort écrouissage et du glissement basal, la cission résolue critique du glissement pyramidal II (figure 1.19) a été fixée à la contrainte à partir de laquelle les observations au MET montrent des dislocations  $\langle \bar{1} \bar{1} 23 \rangle$  ; alors qu'à 300°C et plus la cission résolue critique a été fixée à la fin du domaine élastique.

Les observations des dislocations en MET ont été poursuivies en 1985 par Couret et Caillard [16 et 17] notamment par des études de déformation in-situ. Des micros-échantillons d'orientation (45 90 0 ou 45 90 30) sont déformés en traction à des températures de -223°C, 22, 100, 200 et 377°C pour observer les dislocations du glissement prismatique. Ils ont pu voir en direct la formation et la propagation de boucles de dislocations. La partie coin est bien plus mobile que la partie vis, mais cette différence diminue quand la température augmente. La cission résolue critique est estimée par la contrainte nécessaire pour faire glisser les dislocations vis, soumises à une force de friction dépendante de la température, mais seules à même d'assurer la déformation. Leur mouvement est régi par le mécanisme de Friedel-Escaig (figure 1.20), la dislocation vis, dissociée dans le plan basal, se déplace par la nucléation thermiquement activée d'une paire de repli ('kink pair') qui se propage le long de la dislocation.

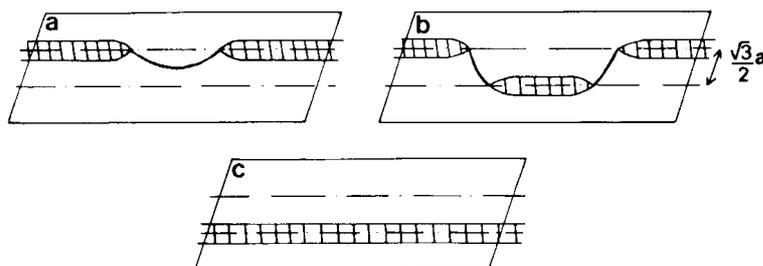


Figure 1.20 : schéma du mécanisme de Friedel-Escaig [16]

La vitesse de déplacement des dislocations est proportionnelle à leur longueur (plus elle est longue, plus il y a de place pour la nucléation de replis) et à la température.

A partir de ces expériences *in situ* les auteurs [17] ont pu déterminer les paramètres du modèle de Friedel-Escaig pour la vitesse de déplacement des dislocations  $v$  :

$$v = \frac{\sqrt{3}}{2} v_d \frac{b^2}{l_c^2} L \exp\left(-\frac{\Delta G(\sigma)}{kT}\right) = v_0 \exp\left(-\frac{\Delta G(\sigma)}{kT}\right)$$

Où  $v_d$  est la fréquence de Debye,  $b$  le vecteur de Burger,  $l_c$  la longueur d'un site d'activation,  $L$  la longueur de la dislocation, et  $\Delta G(\sigma)$  l'énergie d'activation de nucléation et de propagation de la paire de repli. L'aire d'activation à 25°C est de  $9 b^2$ , et l'énergie d'activation microscopique entre 20 et 100°C est  $\Delta G = 0.8 \text{ eV} \pm 0.1 \text{ eV}$  sous une contrainte de 12 MPa. Le fluage entre 130 et 330°C pourrait aussi être contrôlé par le mécanisme de Friedel-Escaig, plus que par la diffusion.

### Synthèse

En conclusion, nous avons tenté de résumer les valeurs des CRSS des systèmes de glissement et du maillage du Mg, issues de la bibliographie, dans un graphique récapitulatif (Figure 1.21). On peut en retenir les points suivants :

Le glissement basal est très facilement activé à toutes températures de sorte que l'étude des autres systèmes implique une bonne maîtrise de l'orientation des échantillons.

On peut espérer mesurer à haute température les CRSS des glissements prismatique et pyramidal I, mais à température ambiante ces systèmes de glissement ne seront sûrement pas observés en channel-die, car nous risquons, comme Wonziewicz et Backofen et Kelley et Hosford, d'observer l'activation superposée de maillage de traction et de compression.

Les résultats sont contradictoires concernant la compression selon l'axe  $\bar{c}$  à température ambiante ; en effet il y a soit du glissement pyramidal II, soit du maillage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}3\}$ , soit les trois. A basse température, le glissement pyramidal II est surtout observé pour de très faibles déformations, et son existence est prouvée grâce à l'analyse fine des dislocations. Toutefois à haute température pour de la compression selon  $\bar{c}$  le glissement pyramidal II prédomine.

Enfin, on peut noter que ces résultats ont été obtenus soit par microscopie optique, sans mesures d'orientations locales, soit par MET avec des plages d'observations très limitées. A notre connaissance aucune étude systématique des mécanismes de déformation de cristaux de

Mg n'a été entreprise par EBSD, permettant une analyse fine et précise des systèmes de glissement et de maclage sur de grandes plages.

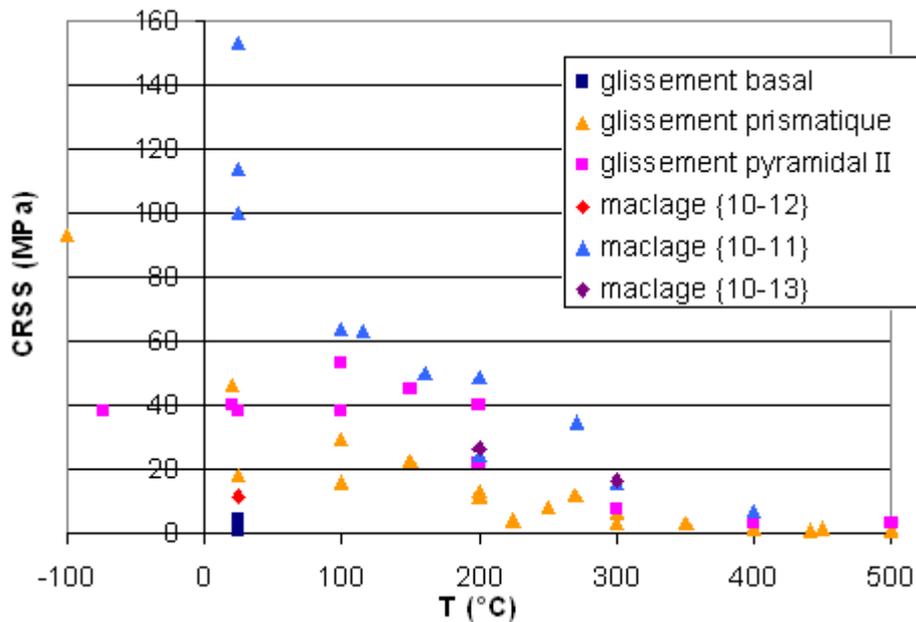


Figure 1.21 : résumé des CRSS issues de la bibliographie [5, 8 à 15]

## 5) Textures de déformation

Ce chapitre présente les textures obtenues lors des opérations de mise en forme de différents alliages de magnésium afin de mieux comprendre le développement de son anisotropie. Nous citerons de préférence les études faisant référence à l'alliage AZ31 que nous avons un peu étudié, ou au magnésium pur.

### *Texture de laminage :*

Le laminage génère une texture basale équiaxe, c'est à dire que l'axe  $\bar{c}$  de la plupart des grains est proche de la direction ND (direction normale) et les axes  $\bar{a}$  n'ont pas d'orientation particulière. Toutefois certains auteurs ont observé, pour certains alliages (et peut être parfois pour le Mg pur), une plus grande dispersion de l'axe  $\bar{c}$  selon TD (direction transverse) que selon RD (direction de laminage).

Un exemple de l'anisotropie classique du Mg laminé est illustré figure 1.22.

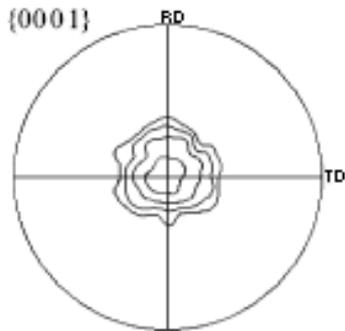


Figure 1.22 : texture après laminage du Mg pur [18]

Nave et Barnett [18] ont laminé du magnésium pur à chaud pour obtenir des échantillons de magnésium polycristallins texturés, qu'ils ont comprimé en channel-die à température ambiante parallèlement et perpendiculairement à la direction de la majorité des axes  $\bar{c}$  (Figure 1.23). La texture initiale (Figures 1.24 a et c) est une texture basale où les axes  $\bar{c}$  ont une direction proches de ND, normale au plan du laminage. Les échantillons 'c-axis extension' sont comprimés selon la RD et s'allongent selon la ND de la plaque initiale, les échantillons 'c-axis compression' sont comprimés selon ND et s'allongent selon RD. Après compression, la majorité des axes  $\bar{c}$  des grains sont alignés avec la direction de compression.

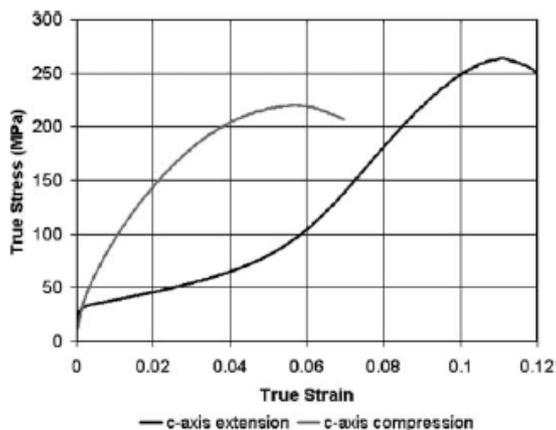


Figure 1.23 : Courbes contrainte-déformation du Mg texturé déformé en channel-die selon 2 directions (allongement et compression selon  $\bar{c}$ ) [18]

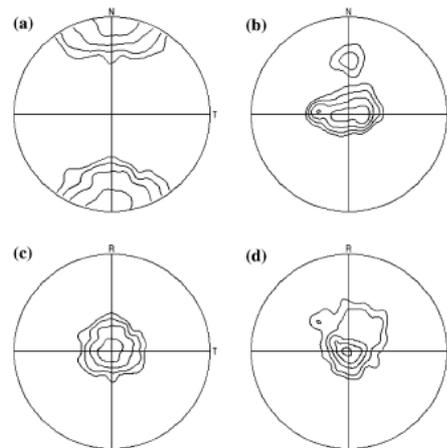


Figure 1.24 : figures de pôles {0001} initiales (a,c) et finales (d,e), pour les échantillons avec l'extension selon  $\bar{c}$  (a,b) et la compression selon  $\bar{c}$  (c,d) [18]

La forme des courbes et la formation de la texture basale par compression, avec  $\bar{c}$  légèrement plus étalé selon TD, est parfaitement comprise. L'étude des macles et des joints de macles, par EBSD, utilise la désorientation des joints de grains (Figure 1.25) pour les quantifier. Dans les échantillons comprimés selon l'axe  $\bar{c}$  les auteurs trouvent beaucoup trop de macles d'extension, ils en déduisent qu'ils sont apparus lors du déchargement, et ils mesurent et

observent la présence de double maclage  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ . Dans les échantillons ‘c-axis extension’, les grains ont plusieurs variantes de macles  $\{10\bar{1}2\}$ , ce qui explique les joints de grains autres qu’à  $86^\circ$  autour de  $\langle 1\bar{2}10 \rangle$ . Ils expliquent que les macles peuvent s’interpénétrer (Figure 1.26) pour former des structures entièrement maclées, avec des angles particuliers.

Type of twin	Misorientation angle/axis
$\{10\bar{1}1\}$	$56^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}2\}$	$86^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}$	$64^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}1\}-\{10\bar{1}2\}$	$38^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$
$\{10\bar{1}3\}-\{10\bar{1}2\}$	$22^\circ \langle 1\bar{2}10 \rangle$

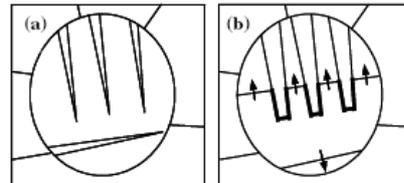


Figure 1.25 : tableau des désorientations entre la matrice et les macles primaires ou secondaires généralement observés [18]

Figure 1.26 : schéma illustrant la formation des joints de macles  $(10\bar{1}2) - (\bar{1}012)$  (trais épais) [18]

#### Déformation par compression :

La compression uniaxiale permet aussi d’obtenir une texture de laminage. Pour mieux comprendre la formation d’une texture de laminage, nous présentons des travaux de Jiang et Godfrey [19], avec qui nous avons travaillé, et qui ont aussi étudié les joints entre deux macles comme  $(10\bar{1}2) - (\bar{1}012)$ . Ils ont effectué des essais de compression uniaxiale à RT et  $150^\circ\text{C}$  pour des échantillons issus d’une tôle laminée de AZ31 coupés tels que l’axe  $\bar{c}$  soit incliné de  $0, 30, 60$  et  $90^\circ$  de la direction normale de la tôle (Figures 1.27 et 1.28).

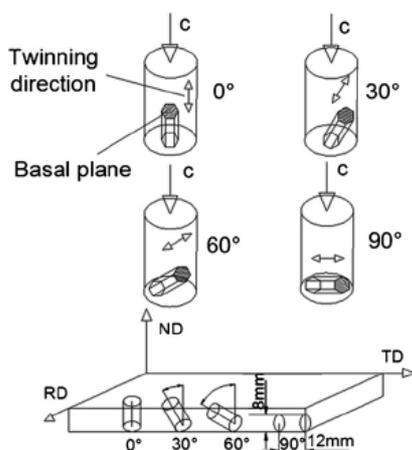


Figure 1.27 : schéma de découpe et de la texture pour les échantillons  $0^\circ, 30^\circ, 60^\circ$  et  $90^\circ$  [19]

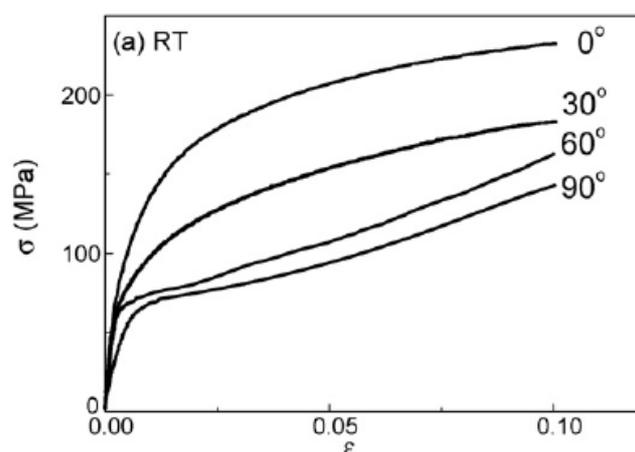


Figure 1.28 : Courbes contrainte-déformation du AZ31 comprimé à  $25^\circ\text{C}$ , pour 4 échantillons avec différents angles par rapport à ND [19]

L'activité du glissement est estimée grâce à la présence de désorientations (entre 1,5 et 4°) dans les grains ; il y en a une grande densité de sous joints dans les grains des échantillons à 30° et moins dans les échantillons 0°. Les échantillons à 60 et 90° ont respectivement 58 et 73 % de macles  $\{10\bar{1}2\}$  (Figure 1.29), certains grains sont entièrement maclés, ils apparaissent en hachuré, et les grains partiellement maclés sont en gris.

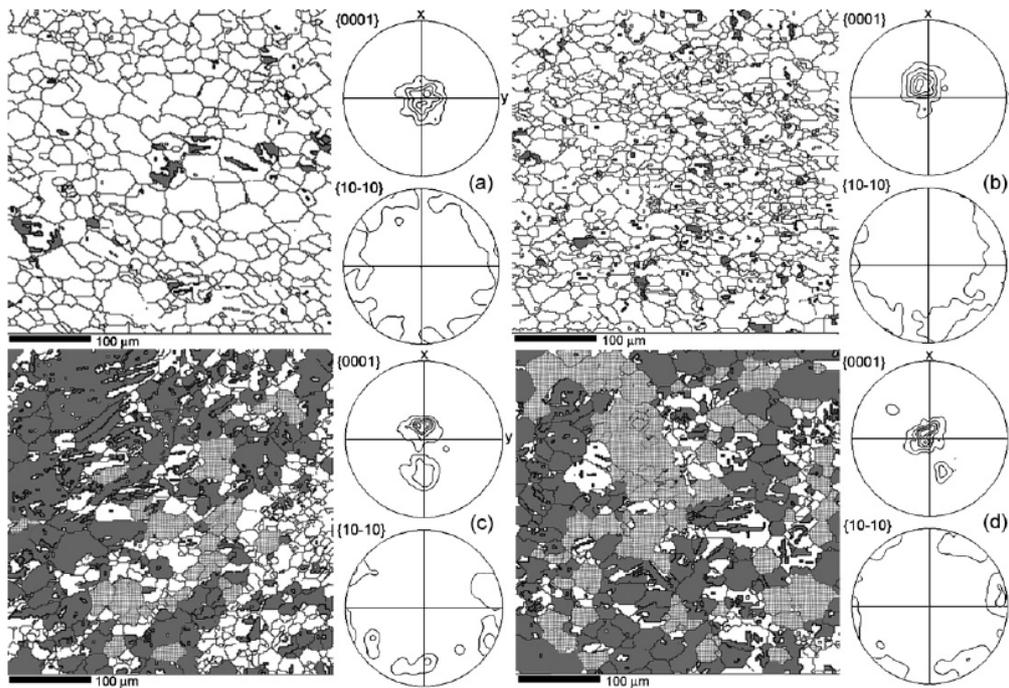


Figure 1.29 : cartes EBSD et texture des échantillons 0°(a), 30° (b), 60° (c) et 90° (d) déformés à RT de 0.1 [19]

Jiang et Godfrey [20] ont aussi étudié sur les mêmes échantillons post mortem les macles  $\{10\bar{1}2\}$  en détails. Pour les grains partiellement maclés, ils identifient les variantes par leur inclinaison sur la carte EBSD et par leur orientation (figures 1.30 et 1.31). Les variantes de macles sont nommées par leur nom entier comme  $(10\bar{1}2)[\bar{1}011]$ . (Nous avons utilisé le même ordre pour nommer et identifier les variantes des macles).

	A-1	A-2	A-3	A-4	A-5	A-6
B-1	60.4°	54.5°	52.2°	46.1°	83.1°	77.5°
B-2	60.0°	53.5°	58.3°	52.2°	89.0°	83.1°
B-3	<b>7.8°</b>	<b>13.3°</b>	53.5°	54.5°	67.5°	66.7°
B-4	<b>0.0°</b>	<b>7.7°</b>	60.0°	60.4°	60.4°	60.0°
B-5	60.4°	67.5°	89.0°	83.1°	67.5°	60.4°
B-6	60.0°	66.7°	83.1°	77.5°	60.4°	53.5°

Figure 1.30 : exemple de matrice de désorientation entre 2 variantes de macles issues d'un même grain [20]

Twin variant	$\theta_{dev}(T1)$	$\theta_{dev}(T2)$	Schmid factor
$(\bar{1}102)[\bar{1}\bar{1}01]$	58.1°	5.4°	-0.495
$(1\bar{1}02)[\bar{1}101]$	58.2°	<b>3.5°</b>	<b>-0.489</b>
$(\bar{1}012)[10\bar{1}1]$	<b>3.4°</b>	58.2°	<b>-0.169</b>
$(10\bar{1}2)[\bar{1}011]$	6.0°	58.1°	-0.166
$(0112)[01\bar{1}1]$	62.0°	62.0°	-0.083
$(01\bar{1}2)[0\bar{1}11]$	62.3°	62.2°	-0.085

Active variants marked in bold.

Figure 1.31 : différences angulaires entre 2 variantes de macles T1 et T2, prédites et analysées, d'un même grain [20]

### Texture de traction :

La traction a tendance, sous l'effet du glissement basal et du maillage de traction, à générer une texture avec l'axe  $\bar{c}$  perpendiculaire à l'axe de traction. Lorsque la traction se fait perpendiculairement à l'axe  $\bar{c}$ , le glissement basal comme le maillage de traction sont inactifs, et une texture caractéristique est générée, où l'axe  $\bar{a}$  est perpendiculaire à la direction de traction.

Agnew et Duygulu [21] ont effectué des tests de traction sur AZ31, à différentes températures et différentes vitesses, ainsi que des observations MET et des simulations. L'évolution de la texture se manifeste aussi bien par le déplacement de  $\bar{c}$  dans RD-ND que par l'alignement du pôle  $(10\bar{1}0)$  avec la direction de traction. Ce dernier est dû au glissement prismatique ou pyramidal I, qui est facilement activé à basse température ; à partir de 200°C le glissement pyramidal II est actif et explique l'anisotropie de déformation entre la largeur et l'épaisseur de l'éprouvette.

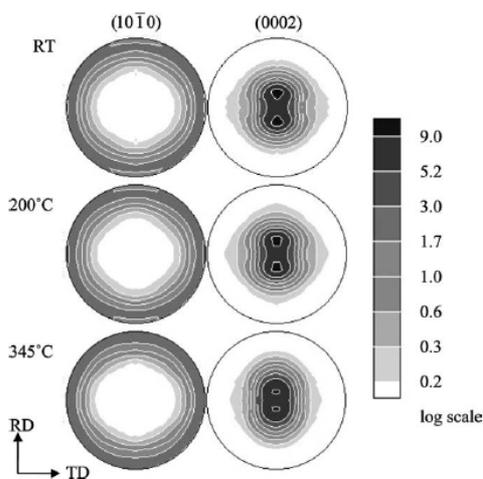


Figure 1.32 : texture initiale et texture après traitement thermique d'une heure à 200 et 345°C [21]

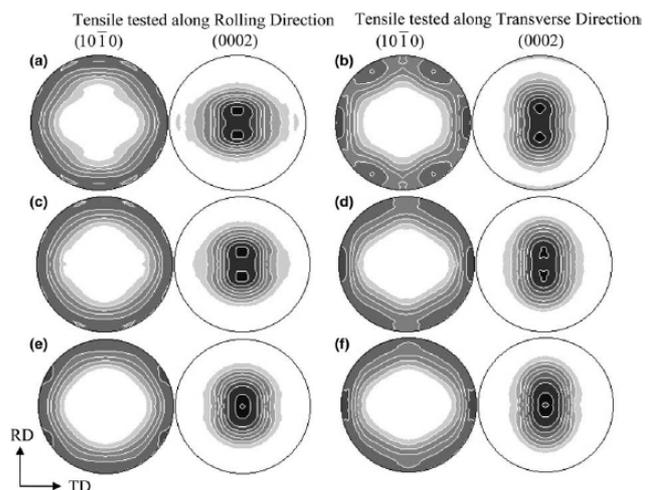


Figure 1.33 : textures après 11% de déformation selon RD (droite) ou TD (gauche), à RT (a, b), 200 (c, d) et 250°C (e, f) [21]

Jain *et al.* [22] ont observé à partir d'essais de traction sur une feuille d'AZ31 l'évolution de la texture après traction selon la direction de laminage de la feuille (figure 1.34), et entre autres après 10% de déformation, l'alignement de la normale à l'un des plan  $(10\bar{1}0)$  avec la direction de traction (et donc un axe  $\bar{a}$  est normal à cette direction), et une rotation de  $\bar{c}$  vers TD à cause du maillage de traction. Les essais de traction montrent une anisotropie du matériau selon que la traction se fasse selon RD ou TD (plus dure), car l'axe  $\bar{c}$

sur la figure de pôle (0001) est plus incliné vers la direction RD que vers TD, ce qui facilite le glissement basal (figure 1.35).

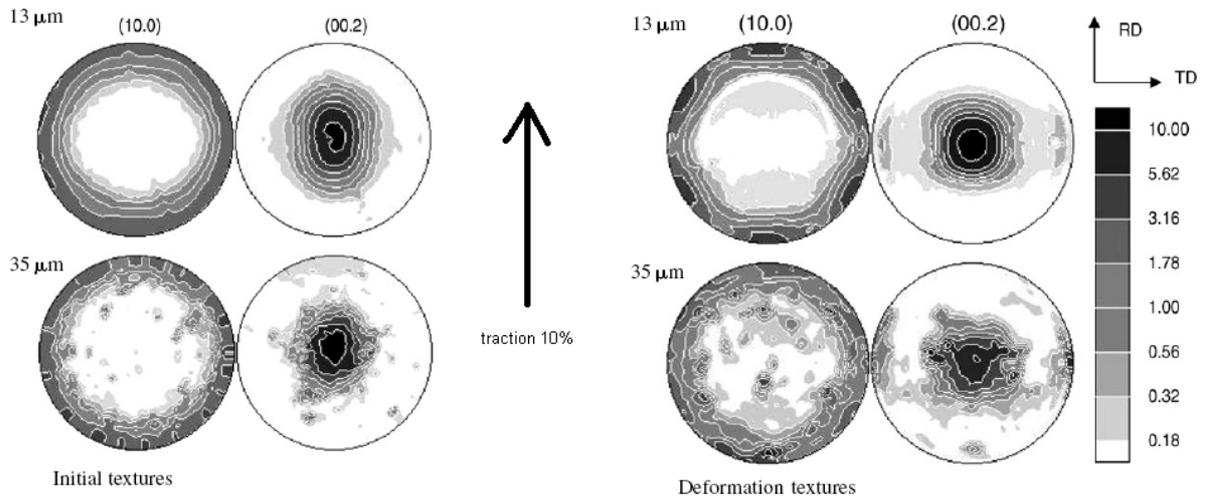


Figure 1.34 : texture initiale et après 10% de traction selon RD à RT, pour une feuille d’AZ31 avec des tailles de grain de 13 et 35 microns [22]

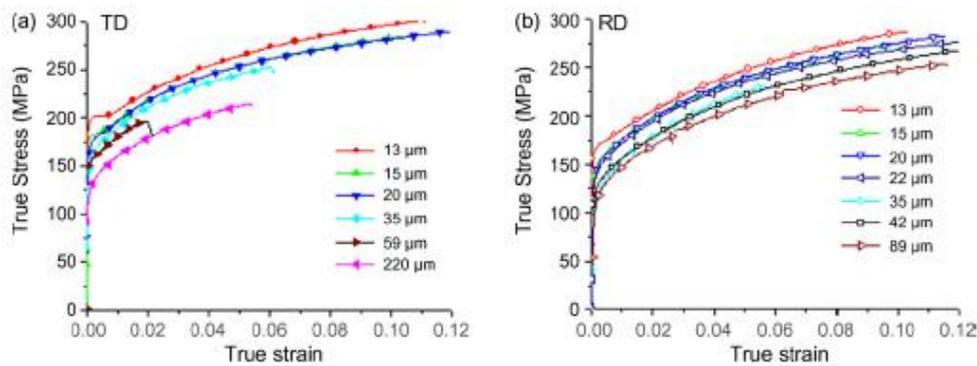


Figure 1.35 : courbes contrainte-déformation d’échantillons de différentes tailles de grain testés en tension selon (a) la direction transverse (TD) et (b) la direction de laminage (RD) [22]

A l’aide d’un modèle de plasticité cristalline ils ont évalué l’activation des systèmes secondaires, et ont modélisé la dépendance à la taille de grain et à l’écrouissage. Le maillage, qu’il soit de traction  $\{10\bar{1}2\}$  ou de compression  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ , est d’autant plus favorisé que la taille de grain augmente. Le glissement prismatique explique la limite d’élasticité et la dépendance à la vitesse de déformation.

Texture obtenue par ECAE (cisaillement) :

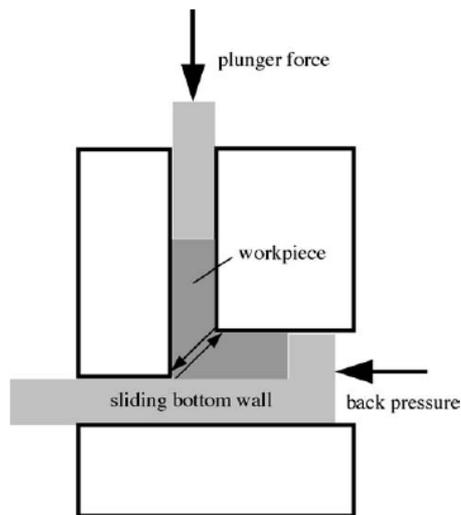


Figure 1.36 : Schéma illustrant l'ECAE, avec une contre pression pour forcer le cisaillement simple et éviter la formation de fissures [23]

L'ECAE ('equal channel angular extrusion') (Figure 1.36) permet d'obtenir une texture avec le plan basal incliné dans la direction d'extrusion. La texture dépend du nombre de passes et de la route utilisée : dans la route A la barre n'est pas tournée, et le cisaillement se fait donc à chaque fois dans le même sens, dans la route B la barre est tournée de  $90^\circ$  entre chaque passe, et de  $180^\circ$  dans la route C.

Un exemple de l'évolution de ces textures et des propriétés est donné par l'étude d'Agnew *et al.* [23] sur l'ECAE de différents alliages, notamment l'AZ31 (Figures 1.37 et 1.38).

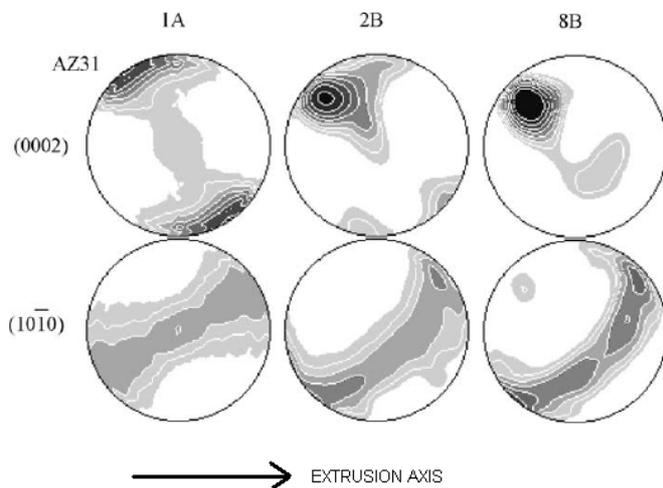


Figure 1.37 : figures de pôle (0001) après 1,2 et 8 passes, route B [23]

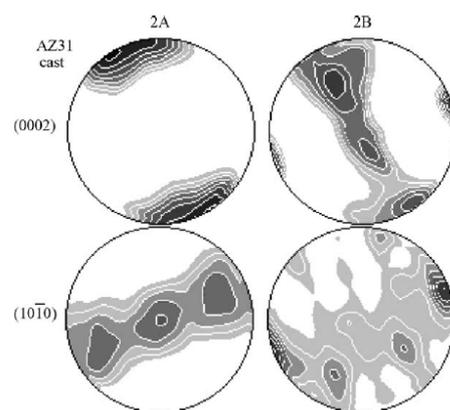


Figure 1.38 : figures de pôle (0001) après 2 passes, route A et B [23]

Agnew *et al.* [24] ont aussi utilisé des barres d'AZ31 extrudées de manière conventionnelle, les ont déformées par ECAE, à  $200^\circ\text{C}$ , par 8 passes selon la route B avec une rotation de  $90^\circ$  de la barre entre chaque passe, soit une déformation effective d'environ 9,2. Ensuite les

échantillons ont été revenus 2 heures à 350°C pour éliminer les grains ultra fins, avoir une taille de grain convenable et avoir un comportement qui ne dépend que de l'effet de texture (et non un comportement superplastique ou amorphe) (Figure 1.39). Les essais de traction (figure 1.40) montrent une nette amélioration de la ductilité.

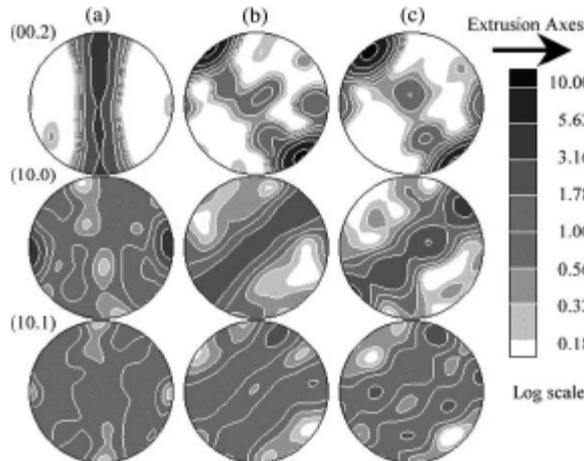


Figure 1.39 : figures de pôles (0001),  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}1\}$  pour AZ31 extrudé (a), passé par ECAE (b) puis revenu (c) [24]

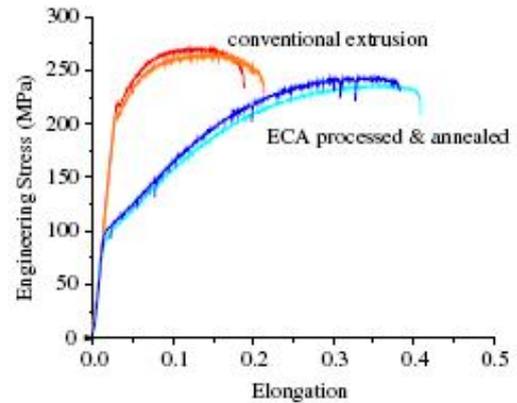


Figure 1.40 : Courbes de traction pour AZ31 extrudé et passé par ECAE + revenu [24]

#### Macles de compression :

Nous avons déjà mentionné l'observation de macles de compression remaclées  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ , et généralement elles forment un angle de  $38^\circ$  par rapport à la matrice, alors que 6 variantes sont possibles. Barnett *et al.* [25] ont étudié par EBSD, dans un alliage AZ31, le double maillage  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$  après déformation par traction à l'ambiante d'échantillons coulés, extrudés et laminés. Il en ressort que parmi les 6 variantes  $\{10\bar{1}2\}$  théoriques dans une macle  $\{10\bar{1}1\}$ , 4 sont possibles car leur facteur de Schmid a le bon signe et elles sont compatibles avec la déformation, et deux ont réellement des facteurs de Schmid élevés. La variante qui est favorisée expérimentalement est désorientée par rapport à la matrice de  $38^\circ$  autour de l'axe  $\langle\bar{1}2\bar{1}0\rangle$ , et elle a rarement le meilleur facteur de Schmid : dans 80 % des cas le facteur de Schmid est le 3<sup>ème</sup> ou 4<sup>ème</sup>.

Mais les auteurs observent aussi que le maillage  $\{10\bar{1}1\}$  respecte majoritairement la loi de Schmid. Ils ont complété leur étude par du simple maillage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  sur du AZ31 extrudé : les variantes activées possèdent le 1<sup>er</sup>, le 2<sup>ème</sup> et le 3<sup>ème</sup> plus grand facteur de Schmid, et ce dans les mêmes proportions.

Par contre, le double maclage semble obéir à certaines règles : le glissement basal est plus aisé dans la double macle que dans la matrice. Plusieurs raisons expliqueraient la large présence d'une variante, en particulier : dans la macle l'état des contraintes est très différent des contraintes macroscopiques, et donc le facteur de Schmid calculé n'est pas le bon ; la croissance latérale du macle secondaire  $\{10\bar{1}2\}$  est favorisée car son plan est proche du plan de la macle primaire  $\{10\bar{1}1\}$ , ce qui améliore la compatibilité des déformations ; enfin le glissement basal y est favorisé, ce qui peut aider la macle secondaire à croître, ou relaxer localement la macle.

Récemment Martin *et al.* [26] ont aussi étudié le double maclage, et il ressort de leur étude que la variante sélectionnée obéit généralement à la loi de Schmid mais parfois c'est la variante qui accomode le plus facilement la déformation avec la partie parent qui est activée. Cette dernière est aussi celle qui croît le plus facilement.

## 6) bilan

Nous avons focalisé une grosse partie de notre étude bibliographique sur les études portant sur la déformation des monocristaux puisque ce sera la majeure partie de notre travail. Nous avons pu constater que les valeurs des contraintes de cisson résolue critique (CRSS) obtenues par des essais sur des monocristaux diffèrent d'une étude à l'autre, tout en restant dans le même ordre de grandeur.

Le glissement basal prédomine largement à toutes températures, et les diverses études menées sur les monocristaux de magnésium nous amènent à prévoir que les glissements prismatiques, pyramidal I et pyramidal II ou  $\bar{c} + \bar{a}$  ne seront pas forcément observés à basse température lors de nos essais de channel-die ; par contre les basses températures seront idéales pour observer du maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$ , du maclage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  et l'autre maclage de compression  $\{10\bar{1}3\}$ . Enfin on notera qu'il n'y a pas eu d'études par EBSD portant sur des monocristaux déformés, et il n'y a pas d'études systématiques donnant les CRSS de tous les systèmes de déformation en fonction de la température.

## Chapitre II : Modélisation micromécanique

Nous présenterons ici les principes généraux de la plasticité cristalline, suivis d'une brève revue des applications courantes à la plasticité des métaux hexagonaux, essentiellement pour les matériaux hexagonaux polycristallins. Enfin, nous avons développé un code spécifique pour la déformation de nos cristaux de Mg en compression plane qui sera résumé ici.

### 1) principes de la plasticité cristalline

La plasticité cristalline se situe à mi-chemin entre la théorie des dislocations et la mécanique des milieux continus. Elle utilise les notions de base de contrainte de cisssion résolue critique (CRSS), la contrainte d'écoulement et les principes de normalité et du travail extremum. La plasticité cristalline permet de prédire le comportement des cristaux, et donc de prédire le comportement d'agrégats cristallins lors d'opérations de mise en forme, et modélise l'anisotropie plastique, les relations contrainte-déformation et la formation de textures. Nous présentons d'abord les principes de la déformation d'un matériau rigide-plastique sous déformations imposées, conditions typiques de la mise en forme [27].

Pour décrire ce comportement plastique BISHOP et HILL (1951) [28], reprenant en cela le modèle de TAYLOR (1938) [29], ont introduit un critère d'écoulement plastique reposant sur la loi de SCHMID [4], c'est à dire un critère d'activation des systèmes de glissement. CHIN et MAMMEL (1969) [30] puis TOME et KOCKS (1985) [31] ont généralisé ce critère à l'ensemble des systèmes de glissement et de maclage des métaux hexagonaux. La loi de la cisssion critique, ou loi de SCHMID, est définie de la façon suivante pour le système  $s$  :

$$\tau^s < \tau_c^s, \dot{\gamma}^s = 0 \quad (1.1)$$

Tant que la cisssion résolue  $\tau^s$  appliquée à un système de glissement ou de maclage est inférieure à une valeur critique  $\tau_c^s$ , il n'y a pas de glissement sur ce système et la vitesse de glissement  $\dot{\gamma}^s$  reste nulle. Dès que  $\tau^s$  atteint  $\tau_c^s$ , le glissement ou le maclage est initié et le système  $s$  est dit activé ( $\dot{\gamma}^s \neq 0$ ). On notera que lors du maclage, le cisaillement  $\gamma^s$  reste constant et la fraction volumique maclée  $f_v$  varie selon  $\dot{\gamma}^s = \dot{f}_v^s \gamma^s$ .

Chaque système de glissement pouvant être actif dans les deux sens, chaque système de glissement peut être décomposé en deux directions opposées, dans le même plan de

glissement de façon à travailler ultérieurement sur des quantités positives. Le maillage n'étant actif que dans un sens, nous n'aurons pas à appliquer cette opération aux systèmes de maillage.

La loi de SCHMID peut être utilisée sous la formulation suivante proposée par FORTUNIER (1987) [32]:

$$(\tau^s - \tau^s) \geq 0$$

$$\dot{\gamma}^s \geq 0$$

$$(\tau^s - \tau^s) \dot{\gamma} = 0$$

La loi de SCHMID exprimée sous cette forme est un critère microscopique. Or, expérimentalement, l'état d'un monocristal soumis à une déformation est complètement déterminé par la connaissance du tenseur des contraintes  $\sigma_{ij}$ , du tenseur des vitesses de déformation  $\dot{\epsilon}_{ij}$  et de l'orientation du cristal repérée par exemple par les 3 angles d'EULER ( $\phi$   $\Phi$   $\phi$ 2).

Les cisssions résolues  $\tau^s$  et les vitesses de glissement  $\dot{\gamma}^s$  sont reliées aux grandeurs macroscopiques définies ci-dessus par :

$$\tau^s = \sum_{ij} \sigma_{ij} M_{ij}^s$$

$$\dot{\epsilon}_{ij} = \sum_{s=1}^n \dot{\gamma}^s M_{ij}^s$$

où les  $M_{ij}^s$  désignent les coefficients de SCHMID généralisés :

$$M_{ij}^s = \frac{1}{2} (b_i^s n_j^s + b_j^s n_i^s)$$

où  $b_i^s$  et  $n_j^s$  sont les cosinus directeurs de la direction  $\vec{b}$  et de la normale  $\vec{n}$  au plan du système s considéré, exprimés dans un repère orthonormé.

Le tenseur des contraintes est un tenseur symétrique (3\*3). En faisant l'hypothèse d'une déformation incompressible ( $\dot{\epsilon}_{11} + \dot{\epsilon}_{22} + \dot{\epsilon}_{33} = 0$ ) sans influence de la pression hydrostatique  $\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33} = 3\sigma_m$ , les tenseurs des contraintes et des vitesses de déformation se réduisent chacun à 5 composantes indépendantes. Ceci nous conduit à nous placer dans un espace à 5 dimensions et la résolution du système (1.1) a été proposée par BISHOP et HILL (1951) [28] dans le cas d'une déformation totalement imposée. Dans un espace associé aux composantes indépendantes du tenseur des contraintes, la loi de SCHMID se traduit par une surface associée au système s. En prenant l'enveloppe intérieure de cette surface, on définit la

frontière d'écoulement, ou polyèdre critique, qui délimite le domaine élastique, du domaine plastique où au moins un système est activé, ce qui entraîne un écoulement plastique du solide. L'ensemble des sommets du polyèdre critique définit l'ensemble de tous les états de contrainte suivant la loi de SCHMID, et l'état de contrainte réel correspond alors à l'un des sommets du polyèdre critique, défini par le maximum de puissance externe de la déformation plastique dissipée par unité de volume :

$$\dot{W} = \sum_{ij} \sigma_{ij} \dot{\epsilon}_{ij}$$

Les systèmes à l'état critique correspondent aux facettes du polyèdre formant ce sommet. Ce sommet peut également être atteint par le théorème du travail interne minimum. L'équivalence a été démontrée par CHIN et MAMMEL (1969) [30] dans le cas d'une déformation complètement imposée.

RENOUARD et WINTENBERGER [33] en 1976 généralisent le théorème de TAYLOR-BISHOP et HILL au cas des conditions mixtes où à la fois des contraintes et des déformations sont imposées au cristal. L'état de contrainte réel est obtenu comme étant la solution qui maximise la puissance externe de la déformation plastique dissipée par unité de volume par rapport aux contraintes non imposées  $\sigma_{\alpha\beta}$  :

$$\dot{W} = \sigma_{\alpha\beta} \dot{\epsilon}_{\alpha\beta}$$

Les systèmes à l'état critique sont déterminés de la même manière que dans le modèle de BISHOP et HILL. Cette théorie a été vérifiée avec succès dans le cas des métaux c.f.c. par DRIVER, SKALLI et WINTENBERGER (1984) [34] puis dans le cas des métaux c.c. par ORLANS (1989) [35]. Cette théorie a été utilisée, entre autres, par CHENEAU-SPÄTH (1996) [1] pour les métaux hexagonaux.

Le maclage est un système de déformation particulier, puisqu'il ne permet la déformation que dans un sens. Mais les systèmes de maclages sont décrits par un plan, appelé plan de maclage, et qui donne son nom au maclage, et par une direction, parallèle au plan, qui décrit comment se déplace la maille et correspond au mouvement moyen des atomes. Cette direction est l'équivalent du vecteur de Burgers pour le glissement. Comme pour d'autres programmes [36], nous modélisons donc le maclage comme un système de glissement à sens unique.

## 2) Codes de plasticité cristalline de métaux hexagonaux

Les codes actuels ont pour but essentiel de prévoir le comportement de matériaux hexagonaux sous forme polycristalline, à partir des concepts de base de la plasticité cristalline.

Le programme le plus couramment utilisé est le programme VPSC ('Visco-Plastic Self-Consistent code') écrit en Fortran-77 et développé par Tomé [36 à 39], qui simule la déformation thermo-mécanique d'agrégats polycristallins. Le code est formulé pour de petites déformations en régime visco-plastique, et prédit le développement des contraintes internes. L'anisotropie élastique et plastique du monocristal est prise en compte, tout comme l'écroutissage des systèmes de glissement. La méthode est basée sur le formalisme de l'inclusion équivalente d'Eshelby, qui résout le problème élastique des contraintes et déformations dans une inclusion ellipsoïdale (le grain) placée dans une matrice élastique homogène, dont les propriétés sont la moyenne des différentes constantes élastiques, et soumise à la contrainte appliquée. Les contraintes et déformations dans l'inclusion sont uniformes, et reliés linéairement aux contraintes et déformations appliquées. Bien que cela soit un problème élastique, il est étendu au régime plastique en exprimant la solution sous forme d'incrément (ou de vitesse), et en introduisant le concept de module instantané, qui relie le taux de contrainte au taux de déformation totale (élastique + plastique).

Le programme VPSC calcule pour chaque grain d'une orientation donnée la contrainte nécessaire pour le déformer et sa rotation cristalline au cours de la déformation. Les calculs se font de manière uniforme pour chaque grain, tous les grains ont la même « taille » et sont dans la même matrice. Le maillage est pris en compte de manière simplifiée : si un grain se déforme par maillage, le programme décide soit de ne pas prendre en compte le maillage, soit d'affecter au grain l'orientation du macle de manière statistique. Ainsi tout le grain change d'orientation et le nombre total de grains demeure constant. La texture change sous l'effet de la rotation des grains due au glissement, et il y a une loi d'écroutissage qui modifie les CRSS. L'utilisation de ce programme a montré qu'il y a de grandes différences entre les CRSS issues des études sur monocristaux et les CRSS rentrées dans le code.

Parmi les variantes récentes faites avec modèle VPSC, Proust et Tomé [38] font augmenter les CRSS avec les fractions volumiques maillées pour prendre en compte la loi de Hall-Petch. Dans un des modèles, ils prennent en compte les interactions entre la matrice et la partie maillée en imposant dans le code :  $\dot{\epsilon}_{11}^M = \dot{\epsilon}_{11}^{Tw}$ ,  $\dot{\epsilon}_{22}^M = \dot{\epsilon}_{22}^{Tw}$ ,  $\dot{\epsilon}_{12}^M = \dot{\epsilon}_{12}^{Tw}$ ,  $\sigma_{13}^M = \sigma_{13}^{Tw}$ ,  $\sigma_{23}^M = \sigma_{23}^{Tw}$  (où les axes 1 et 2 sont dans le plan du joint de macle et 3 est normal à ce plan).

La vitesse de déformation et la contrainte sont aussi pondérées avec les fractions volumiques de la matrice et des macles. La relation cristallographique entre la matrice et la partie maclée pourrait être préservée tant que la partie maclée croît, comme si les deux parties subissaient la même rotation (due au glissement) ; mais comme en fait leurs taux de rotations sont différents, dans les calculs la matrice et les macles se réorientent indépendamment. Le modèle prévoit le double maclage.

Agnew et Yoo [39] ont utilisé le modèle VPSC avec une variante rigide-plastique pour simuler le laminage. Ils ont montré que le ratio des CRSS entre glissements basal et pyramidal II  $\bar{c} + \bar{a}$  détermine la quantité de rotation des pôles (0001) vers la direction de compression, que le glissement prismatique affaiblit le développement de la texture basal, et stabilise les pôles (0001) dans la direction transverse si sa CRSS est plus faible que celle du maclage d'extension. Si la CRSS (pyramidal II) > CRSS (prismatique), la figure de pôle formera un anneau autour de la direction de compression, mais si CRSS (pyramidal II) < CRSS (prismatique), ce dernier sera quasiment inactif.

Kalidindi [40] décompose la déformation totale en déformation plastique et élastique. La partie maclée est idéalisée comme un bloc continu, les parties maclées et non maclées subissent le même gradient de déformation, et toute la partie correspondant à un système de maclage a la même orientation (alors qu'à chaque pas on a une nouvelle orientation). Il ne permet pas à la partie maclée de re-macler, ce qui limite le nombre de parties maclées. Il justifie son choix par le fait que les autres programmes ne choisissent pas forcément la variante de macle majoritaire, et qu'il a observé des macles fines de quelques microns, trop petits pour pouvoir subir du maclage ultérieur. L'orientation cristalline est calculée à partir du tenseur des déformations, mais l'orientation n'est pas réactualisée à chaque itération.

Il a vérifié son modèle en comparant ses prédictions avec les prédictions faites par d'autres programmes sur des textures de laminage de métaux cfc à basse énergie de faute d'empilement, et de métaux hexagonaux ; mais il est difficile de comparer directement et quantitativement ses prédictions avec des mesures (réelles) car il y a de nombreuses inconnues sur les interactions glissement-dislocation et comment elles durcissent le matériau. Dans tous les modèles reportés jusqu'à ce jour dans la littérature, il y a un rapport constant entre les résistances (CRSS) du maclage et du glissement, et il garde aussi cette simplification grossière bien que des expériences aient montré une interaction glissement-maclage complexe. Dans son modèle, il fait l'hypothèse que les macles fines ne peuvent se déformer

que par glissement, et que les macles ont le même gradient de déformation que la matrice, et il utilise le modèle de Taylor pour les contraintes.

Staroselsky et Anand [41] ont créé un code de plasticité cristalline implémenté dans un programme d'éléments finis. Ils l'appliquent à la déformation, à l'ambiante, de l'AZ31 en considérant que seuls sont actifs les glissements basal, prismatique et pyramidal I, et le maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$ , ce qui pose des problèmes car certaines orientations ne sont pas déformables. Ils ont utilisé un terme d'élasticité isotrope pour lier les niveaux de contraintes, et ainsi accommoder les contraintes aux joints de grains, ce terme ne contribue pas à l'évolution de la texture cristallographique ; et ils prennent en compte l'élasticité dans les tenseurs des contraintes et des déformations. Bien que peu réaliste, ce terme permet de ne pas avoir de contraintes démesurément élevées. Le glissement, comme le maclage, est modélisé en régime rigide-plastique, donc sans dépendance à la vitesse de déformation ou à la température, et l'écroutissement n'est pas pris en compte.

De même que pour tous les auteurs, le maclage se modélise comme du pseudo-glissement à sens unique, puis est converti en fraction maclée. Le programme conserve le nombre de grains et utilise un critère probabiliste pour choisir la variante maclée et son orientation : si la fraction maclée dépasse un certain pourcentage aléatoire compris entre 0,3 et 1, alors le grain prend l'orientation de la macle, laquelle est calculée à partir de l'ancienne orientation du grain.

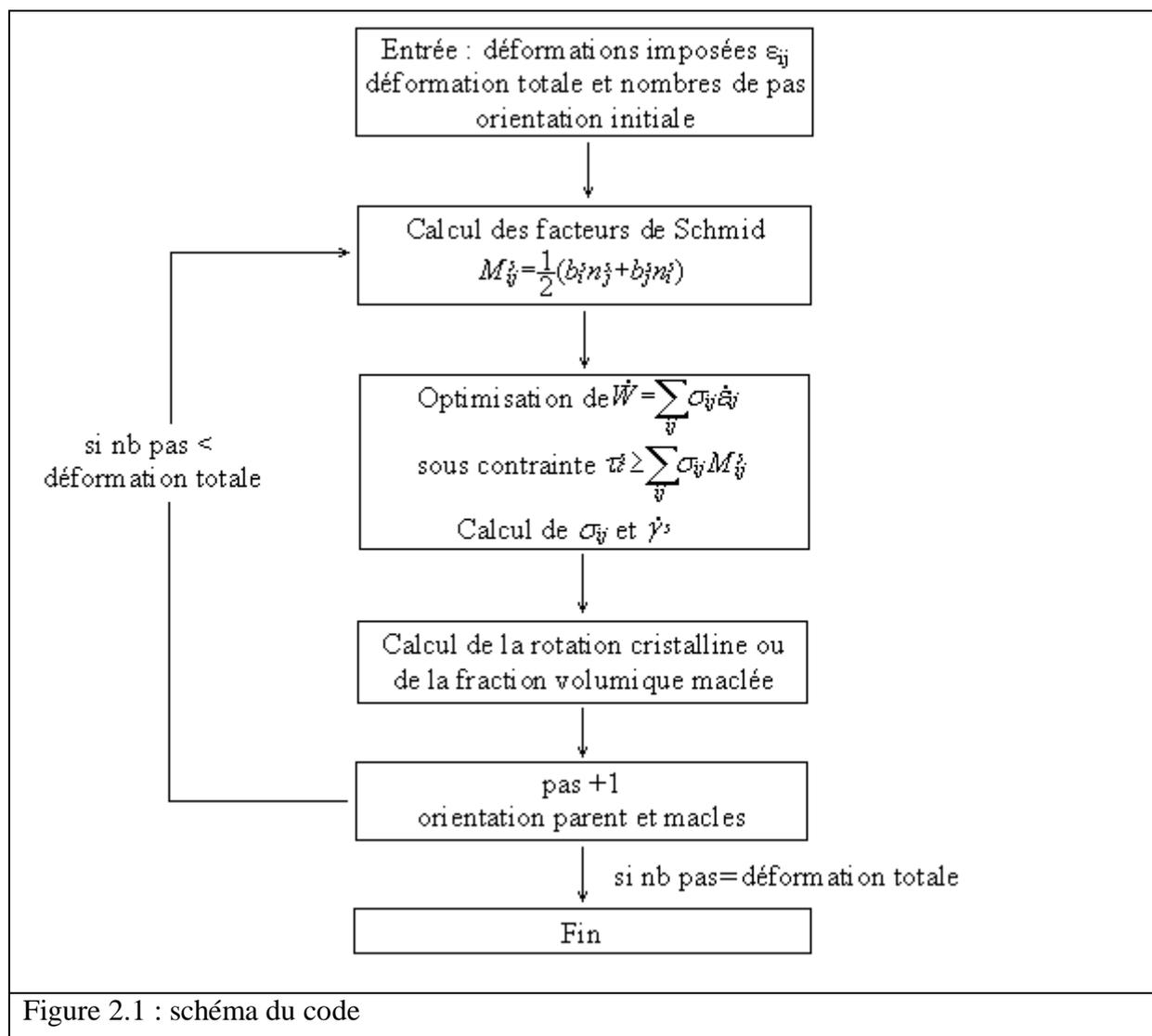
Les CRSS qu'ils ont entrées dans leur programme sont proches des CRSS réelles mesurées sur des monocristaux de magnésium.

### **3) Description de notre programme**

La revue bibliographique précédente fait apparaître la difficulté de la prise en compte du maclage dans des calculs de plasticité cristalline. En général, pour modéliser la déformation plastique des polycristaux hexagonaux, on est amené à traiter le maclage de manière statistique ; comme dans le modèle standard VPSC les grains qui maclent sont choisis au hasard, et maclent complètement. Ceci peut se justifier pour le cas où l'on traite un grand nombre de grains pour lesquels le comportement individuel n'est pas de première importance (par exemple pour le calcul des textures et de l'anisotropie). Or, pour nos études sur la déformation de cristaux individuels, ceux-ci subissent le maclage en fonction de l'orientation cristalline et donc se divisent en zones maclées et non-maclées, chacune avec un

comportement à priori différent. L'un des objectifs de notre thèse est donc de mettre au point un programme de plasticité cristalline pour simuler la déformation plastique de cristaux hexagonaux qui se divise en plusieurs parties par maillage.

Commençons par exposer les bases théoriques sur lesquelles repose le programme. Comme nous nous intéressons aux grandes déformations plastiques de matériaux, la déformation élastique est négligée. Dans un premier temps nous avons choisi, du fait du maillage, de considérer que la déformation pouvait être modélisée de manière rigide-plastique à toutes les températures étudiées, c'est à dire de ne pas tenir compte de la vitesse de déformation, des phénomènes thermiquement activés et du comportement viscoplastique du matériau. Une description détaillée du programme, basé sur un code en C fait précédemment pour les cristaux cfc, se trouve dans l'Annexe A. Ici nous décrivons les parties spécifiques nécessaires pour modéliser la déformation plastique de cristaux hexagonaux (Figure 2.1).



A chaque pas de déformation incrémentale le calcul des systèmes activés est fait selon le principe du maximum de puissance externe (de la déformation plastique) dissipée par unité de volume. La méthode numérique du Simplex est alors appliquée pour chercher la solution qui rend maximale la puissance dissipée sous les contraintes (linéaires) des conditions limites. Comme pour les autres codes de plasticité cristalline, les macles sont traitées comme des systèmes de glissement ( $\dot{\gamma}^s$ ) mais avec un cisaillement constant et une fraction volumique maclée  $f_v$  qui varie selon  $\dot{f}_v = \dot{\gamma}^s / 0,1289$  pour le maclage de traction, et selon  $\dot{f}_v = \dot{\gamma}^s / 0,1377$  pour les deux maclages de compression.

En revanche, dans notre programme, chaque grain se décompose en une partie parent et une ou plusieurs parties maclées si du maclage est activé, et ensuite ces macles sont traitées comme de nouveaux grains, avec le même état de déformation. Les macles primaires de compression peuvent se déformer avec du glissement et du maclage de traction, pour autoriser le double maclage. Mais pour limiter le nombre de macles possibles nous avons forcé les macles de traction à ne se déformer que par glissement.

Le programme a été adapté aux systèmes de déformation du magnésium, les 18 systèmes de glissements (3 basal, 3 prismatique, 6 pyramidal I, 6 pyramidal II) sont décrits dans le code par leur normale aux plans de glissement et leur vecteur de Burger respectifs, exprimés dans le repère du cristal. Les 18 systèmes de maclage (6 maclages de traction  $\{10\bar{1}2\}$ , 6 maclages de compression  $\{10\bar{1}1\}$  et 6 maclages de compression  $\{10\bar{1}3\}$ ) ont été rajoutés et traité comme les systèmes de glissement, avec leur plan et leur direction.

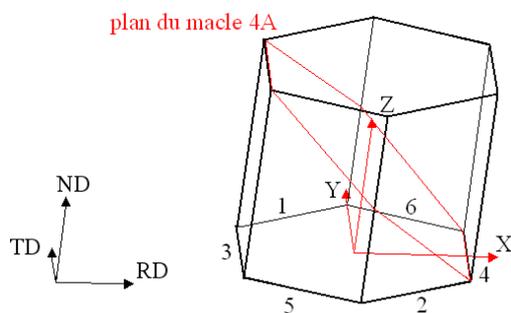


Figure 2.2 : position des plans de maclage dans le repère du cristal, avec le plan A4 ( $10\bar{1}2$ ) représenté

{10-12}		{10-11}		{10-13}	
A1	(-1102)	B1	(-1101)	C1	(-1103)
A2	(1-102)	B2	(1-101)	C2	(1-103)
A3	(-1012)	B3	(-1011)	C3	(-1013)
A4	(10-12)	B4	(10-11)	C4	(10-13)
A5	(0-112)	B5	(0-111)	C5	(0-113)
A6	(01-12)	B6	(01-11)	C6	(01-13)

Figure 2.3 : numérotation des macles

Notons que la numérotation des systèmes de maclage suit un certain ordre, illustré sur la figure 2.2 ; par la suite nous appelons les variantes  $\{10\bar{1}2\}$  de A1 à A6, les variantes  $\{10\bar{1}1\}$  de B1 à B6, les variantes  $\{10\bar{1}3\}$  de C1 à C6 (figure 2.3), et nous avons numéroté de 1 à 6 la position de l'intersection des plans de la macle correspondante avec le plan basal, le tout dans le repère du cristal.

Chaque fois qu'un système de maclage est activé, on calcule la fraction volumique maclée, et l'orientation de cette macle si elle est nouvelle. Pour convertir un cisaillement de maclage (du code) en fraction volumique maclée, on utilise les propriétés géométriques de la maille : par géométrie le cisaillement de la partie maclée par rapport au plan de maclage (distance séparant un atome de la maille avant et après cisaillement, divisé par la distance de cet atome par rapport au plan) vaut :

$$(3 - (\mathbf{c}/\mathbf{a})^2)/(\mathbf{c}/\mathbf{a} * \sqrt{3}) = 0,1289 \text{ pour le maclage } \{10\bar{1}2\} \text{ et,}$$

$$(4 * (\mathbf{c}/\mathbf{a})^2 - 9)/(4 * \mathbf{c}/\mathbf{a} * \sqrt{3}) = 0,1377 \text{ pour les maclages } \{10\bar{1}1\} \text{ et } \{10\bar{1}3\}$$

En divisant le cisaillement du système par ce cisaillement de macle, on obtient la fraction volumique maclée correspondante. Si la macle calculée existe déjà, la fraction calculée est ajoutée à la fraction déjà existante. Si la macle est nouvelle, on augmente le nombre de parties dans le grain de 1, on repère de quelle macle il s'agit (parmi les 18 macles possibles) en donnant un numéro à cette macle, de 1 à 18 si cette macle est issue de la partie parent. Notons que par souci de simplification pour chaque partie maclée qui se déforme ultérieurement par glissement on ne prend pas en compte, pour la fraction volumique, la différence d'orientation entre la partie qui macle à l'incrément  $t$  et la partie maclée créée à l'incrément  $t_0$  puis déformé.

S'il s'agit de double maclage apparu dans la macle qui était apparue en  $x^{\text{ième}}$  position, le numéro de cette macle est entre  $1+(18*x)$  et  $18+(18*x)$ . Il faut alors calculer l'orientation de cette nouvelle macle en utilisant les quaternions pour enchaîner les rotations : l'orientation de la nouvelle macle est  $Q(E2) = Q(E1)*Q(k)$ , où  $Q(E2)$  est le quaternion représentant l'orientation de la macle dans le repère du channel-die,  $Q(E1)$  l'orientation de la partie parent dans le repère de channel-die, et  $Q(k)$  l'orientation de la macle numéro  $k$  dans le repère du cristal (ou d'orientation initiale 0 0 0).

Pour différents modes de déformation d'un monocristal, le programme sort le tenseur des déformations avec les quantités de glissement et de maclage, et indique le nombre de parties qu'il y a dans le grain. Pour chaque partie, parent ou macle, le programme donne l'orientation de cette partie, le nombre de systèmes de déformation critiques, et indique lesquels.

On calcule les cisaillements macroscopiques du « cristal » en faisant la somme, pondérée par la fraction volumique des parties, du tenseur des déformations de chaque partie du grain. On prend bien sûr en compte le cisaillement dû au glissement et le cisaillement dû au maclage. Les modes de déformation possibles dans la version principale sont la compression plane, complètement imposée « Taylor FC » où tous les cisaillements sont nuls, ou partiellement imposée pour le « channel-die singlecrystal » où  $\varepsilon_{xz}$  et  $\varepsilon_{xy}$  sont libres, et « pancake » où  $\varepsilon_{xz}$  et  $\varepsilon_{yz}$  sont libres.

#### 4) Variantes et améliorations

Nous avons fait le choix de déformer la partie maclée comme l'ensemble du cristal (avec les mêmes déformations et contraintes imposées).

Nous avons aussi développé des variantes du programme permettant de simuler des déformations en compression uniaxiale, tension plane et tension uniaxiale.

De plus dans le cas de la compression uniaxiale selon Z, il a fallu distinguer le cas où le matériau a un comportement homogène et l'extension se fait autant dans les directions X et Y ; et le cas où le matériau a un comportement hétérogène (auquel cas l'extension selon X est différente de l'extension selon Y) ; ce dernier cas a donné le modèle de compression uniaxiale « Chill out » qui laisse libre  $\varepsilon_{xx}$ ,  $\varepsilon_{yy}$  et le cisaillement  $\varepsilon_{xy}$ , ce qui assure la symétrie axiale dans les résultats.

Une variante a été écrite pour mieux modéliser le glissement à haute température, qui utilise le modèle de déformation visco-plastique. Ce programme utilise une approche viscoplastique ('rate sensitive'), auquel cas il faut entrer le paramètre de sensibilité à la vitesse de déformation  $m = \left( \frac{\partial \ln \sigma}{\partial \ln \dot{\varepsilon}} \right)_T$ , et les vitesses de cisaillement obéissent à la loi  $\dot{\gamma}_k = \dot{\gamma}_0^k \left( \frac{\tau_k}{\tau_0^k} \right)^{1/m}$  ; et

l'équation régissant la déformation devient  $\dot{\varepsilon}_{ij} = \sum_k M_{ij}^k \dot{\gamma}_0^k \left( \frac{\sigma_{kl} M_{kl}^k}{\tau_0^k} \right)^{1/m}$ . Dans ce cas il vaut mieux rendre inactif le maclage, sinon beaucoup de variantes sont activées, la plupart en très faible quantité. Le programme utilise l'algorithme de NEWTON-RAPHSON pour résoudre un système non linéaire d'équations simultanées.

Dans une variante du modèle, la loi de Schmidt pour le maclage a été « améliorée » pour mieux rendre compte de certaines observations : certains systèmes du maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  sont activés bien qu'ils n'aient pas le facteur de Schmidt le plus favorable, mais c'est

le système de maillage qui a l'orientation la plus molle qui est activé ; certains auteurs de la littérature [42] expliquent ce phénomène en considérant que le glissement basal à l'intérieur de la macule favorise l'extension de la macule ; en conséquence dans certains programmes nous avons modifié le  $\tau_c$  (la CRSS) du maillage de traction de telle sorte que plus le glissement basal est facile dans la macule, plus le  $\tau_c$  correspondant est faible.

Nous avons dû ajouter une petite boucle car nous avons observé dans certaines simulations des résultats illogiques et impossibles : des contraintes selon Y qui sont positives, c'est à dire qui correspondent à de la traction. Or les bords du channel-die ne peuvent que contraindre l'échantillon en compression. Nous n'avons observé des contraintes  $\sigma_{yy}$  positives que dans le cas du model « channel-die single crystal », lorsque du maillage de traction est activé, et pour certaines orientations proches de (90 90 30). Cet effet n'est pas dû à une erreur numérique, il se comprend car lorsqu'un système de maillage est actif, on observe une contraction dans une direction et un allongement dans une autre direction, en conséquence il se peut que la contraction se fasse selon Z et Y et l'extension selon X. Pour pallier cet inconvénient, la fonction principale du programme effectue un test pour vérifier la contrainte selon Y, et si cette contrainte  $\sigma_{yy}$  est positive on relance la résolution en changeant les déformations imposées. On n'impose plus une déformation égale à 0 selon Y, mais  $\varepsilon_{yy}$  est libre et seuls 2 membres du tenseur des déformations (donc aussi 2 membres du vecteur déformation) sont imposés : la composante de compression  $\varepsilon_{zz}$  et le cisaillement  $\varepsilon_{yz}$  qui est empêché par les bords du channel-die ( $\varepsilon_{zz} = -\text{pas}$  et  $\varepsilon_{yz} = 0$ ). On vérifie alors après coup que dans ce cas  $\varepsilon_{yy}$  est négatif, ce qui n'est pas incompatible avec la géométrie du channel-die.

Dans tous les modèles utilisés, les contraintes de cisssion résolues critiques (CRSS) sont constantes, puisque les  $\tau_c$  sont fixés dans le programme pour les systèmes de glissement et les systèmes de maillage. Toutefois si l'on veut vraiment modéliser le durcissement dû à l'écrouissage, le programme gardant déjà en mémoire la somme des cisaillements  $\gamma$ , on aurait pu rajouter une loi d'écrouissage basique en ajoutant aux CRSS  $\tau_c$  un nombre proportionnel à la somme sur tous les systèmes de glissement de la somme (positive, sur les incréments de déformation) des  $\gamma$ . Cependant comme certains systèmes de glissements (et donc certaines dislocations) se croisent alors que d'autres sont évacuées, il y a sûrement une forte dépendance de l'écrouissage avec les systèmes de glissement actifs. Comme nous n'avons

aucune donnée pour la matrice d'écrouissage à utiliser, nous n'avons pas encore fait de variante qui change les  $\tau_c$  à l'aide de la somme des  $\gamma$ .

Nous avons ajouté en plus du programme principal quelques lignes de code qui nous permettent d'avoir, pour les 18 systèmes de maclage, les orientations des macles et les coordonnées de leur plan, calculées à partir de l'orientation initiale du grain. Un autre petit programme donne à partir de l'orientation du grain, l'orientation de toutes les macles et doubles macles de compression qui peuvent se former dedans, soit 90 orientations (18 macles primaires, 6\*6 macles  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ , 6\*6 macles  $\{10\bar{1}3\}\{10\bar{1}2\}$ ). Ce sont ces données que nous utilisons pour dépouiller les cartes EBSD, c'est à dire analyser les macles en présence.

## Chapitre : III Procédures expérimentales

### 1) Préparation des monocristaux

*Principe de fabrication des monocristaux :*

Les monocristaux de Mg sont élaborés par solidification dirigée horizontale selon la technique mise au point à l'Ecole des Mines de Saint Etienne pour des cristaux d'alliages d'aluminium. Un schéma du four de solidification est présenté figure 3.1 Le principe consiste à chauffer le métal près de la température de fusion à l'aide d'un long enroulement tubulaire et ensuite à le fondre jusqu'au germe par un anneau chauffant mobile. Enfin on fait pousser le cristal à partir du germe en retirant progressivement l'anneau chauffant vers le « pied ». Pour obtenir des monocristaux lors du refroidissement, il faut assurer une croissance sans germination grâce à une légère surfusion dans le liquide pour que le front de solidification avance uniformément. Mais il est aussi nécessaire d'évacuer la chaleur latente de solidification, donc il faut un grand gradient thermique à l'interface solide-liquide, ainsi qu'une faible vitesse de solidification. Dans la partie solide il faut par contre essayer d'avoir un faible gradient de température, pour éviter les contraintes thermiques et les défauts, imposant un compromis sur le gradient thermique. Le profil de température doit être unidirectionnel, sans évacuation de la chaleur par la nacelle.

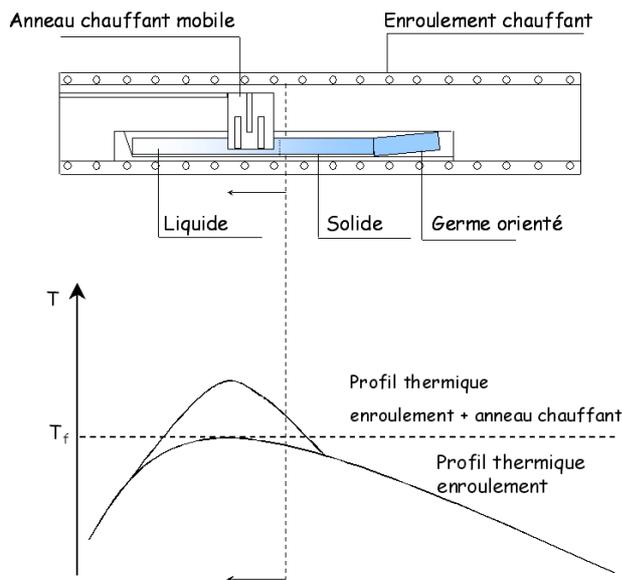


Figure 3.1 : Schéma du four et du profil thermique

Le compromis entre l'exigence d'un gradient thermique élevé à l'interface et modéré dans le solide est donc obtenu par l'association des deux éléments de chauffage distincts : l'anneau mobile et le tube chauffant fixe appelé enroulement.

Pour contrôler la température, nous ne pouvons régler que la puissance de l'enroulement et de l'anneau, car il n'y a ni thermocouple ni asservissement dans le four.

Ce système est fréquemment utilisé pour l'élaboration de cristaux d'aluminium mais n'a pas été employé pour le Mg depuis 1994 lorsque Chenau-Spath [1] avait élaboré quelques cristaux. Nous devons l'adapter pour le cas du Mg qui possède une température de fusion proche de celle de l'aluminium (respectivement 650 et 660 °C) mais des propriétés calorifiques différentes. Pour l'aluminium la vitesse de solidification est de 3cm/heure, mais pour la fabrication des monocristaux de magnésium, après plusieurs essais, nous avons adopté une vitesse d'environ 10 cm/heure. Nous utilisons également une nacelle en graphite. Enfin il est nécessaire d'avoir une légère surpression d'argon par rapport à la pression atmosphérique car le magnésium est volatil et s'évapore.

#### *Processus de fabrication des monocristaux :*

Nous avons fait découper dans un lingot de magnésium de haute pureté (99,99%) des barreaux polycristallins de 20 mm de large, 13mm de haut et environ 150 mm de long. Pour faire croître une orientation particulière on utilise un germe monocristallin de hauteur moindre (entre 5 et 10mm) et de longueur d'environ 50 mm. Le barreau et le germe sont décapés à l'acide acétique, puis soudés au TIG, décapés de nouveau, puis placés dans la nacelle de fusion (moule de solidification) en graphite ; le germe est maintenu au niveau supérieur du barreau par des cales en graphite, pour que le métal liquide ne s'écoule pas ou ne pousse pas le germe ; en théorie seule une petite partie du germe sera refondue.

Nous faisons le vide (inférieur à  $5 \cdot 10^{-2}$  mbar) grâce à une pompe à palette, tout en chauffant légèrement (enroulement à 50%) pour dégazer. Une fois le four dégazé, soit après 2 heures de chauffe et jusqu'à une nuit de pompage, nous faisons rentrer de l'argon, puis refaisons le vide pour chasser les derniers résidus de gaz, puis remplissons le four d'argon à une pression d'environ 1,1 bar. Progressivement, nous chauffons le four en augmentant tous les quarts d'heure la puissance de l'enroulement et de l'anneau, en quatre paliers allant de 65 à 96% pour l'enroulement et de 25 à 98% pour l'anneau. Avec l'augmentation de la température, l'argon se dilate et sa pression augmente, jusqu'à environ 1,4 bar lorsque le four atteint la température de fusion du magnésium, soit 650°C. La montée en puissance dure  $\frac{3}{4}$  d'heure, et la fusion commence environ 1 heure après le début de la chauffe. Initialement l'anneau est au

dessus du barreau au niveau du pied du futur monocristal. Alors nous avançons peu à peu l'anneau, à la vitesse de 2 cm toutes les 5 minutes, en direction de la tête du monocristal, jusqu'à ce que le front de fusion atteigne le germe. Après stabilisation du front liquide l'étirage commence, l'anneau recule à la vitesse de 2 ou 3 mm/min au delà du pied du barreau, et le front de solidification avance de la tête au pied. Si tout se passe bien il n'y a qu'un seul grain qui croît. Ensuite nous laissons encore l'anneau sous tension, de 30 minutes à 1 heure, alors que nous diminuons la puissance de l'enroulement, ce qui permet de s'assurer d'une solidification complète tout en maintenant le gradient de température, et un refroidissement lent du monocristal. Puis le système de chauffage est coupé totalement ; le refroidissement du four et du monocristal prend environ 3 heures. A la sortie du four, si le four a été bien dégazé le monocristal est très peu oxydé, sinon il est recouvert d'oxydes noirs ; une attaque à l'acide acétique permet de le nettoyer et de révéler d'éventuels joints de grain. Environ une fois sur 10 nous réussissons à obtenir un monocristal.

Le germe du monocristal est séparé du barreau par découpage électrolytique (ce qui évite tout écrouissage), puis nous utilisons la méthode de diffraction RX Laue pour déterminer l'orientation de cristal.

## **2) Echantillons monocristallins**

### *Découpe :*

Les échantillons issus des monocristaux de magnésium sont découpés par électroérosion, mais dans le cas du magnésium, la surface ainsi obtenue est rugueuse et fortement oxydée. Un polissage tendre est pratiqué avec du papier à grain fin (P 250 à P 1000) pour obtenir un état de surface acceptable des échantillons. Ceux-ci ont des dimensions standard de channel-die, 10 mm de haut selon ND, 8 mm de long selon RD et 7 mm de large selon TD.

### *Essais de Channel die :*

Afin de limiter les frottements entre l'outil et les échantillons, ceux-ci sont recouverts d'une triple couche de Teflon®, disponible sous forme de ruban. Pour les essais à chaud, les échantillons sont préalablement recouverts par pulvérisation de graphite, puis recouvert de la triple couche de Teflon®.

Pour les essais de compression plane bi-encastré ou channel-die, nous utilisons le channel-die créé et conçu au centre SMS de l'ENSM-SE [43], les essais sont faits au laboratoire de l'école des mines sur une machine servo-hydraulique Schenck, dont la vitesse est asservie par un

ordinateur. Le programme de gestion fait en sorte que la vitesse de déformation (et non la vitesse de descente) soit constante, donc la vitesse de descente du piston et du poinçon est logarithmique. Les différentes vitesses possibles vont de  $10 \text{ s}^{-1}$  à  $10^{-5} \text{ s}^{-1}$ ; pour les monocristaux nous avons effectué des essais à différentes vitesses : 1, 0.1 et 0.01 et 0.001  $\text{s}^{-1}$ ; mais la plupart des tests ont été faits à 0.1  $\text{s}^{-1}$ .

Pendant l'essai, le logiciel pilotant la machine enregistre des couples de valeurs « force exercée - déplacement du poinçon » en fonction du temps, ce qui permet de remonter à une courbe contrainte d'écoulement du matériau en fonction de la déformation. La contrainte est donnée par le rapport Force/Section en tenant compte d'une correction pour les efforts de frottement. Des essais de reproductibilité ont montré que la variation des valeurs obtenues pour la contrainte était de +/- 3% autour de la valeur moyenne [43].

La déformation vrai (ou déformation logarithmique) est  $\varepsilon = \ln(H_0/H_f)$ , avec  $H_0$  la hauteur initiale avant déformation, et  $H_f$  la hauteur finale mesurée après déformation ;  $H_0$  vaut environ 10 mm. En compression plane bi-encastée, on utilise parfois aussi la déformation équivalente de Von Mises  $\varepsilon_{VM} = 2/\sqrt{3} * \ln(H_0/H_f) \sim 1,15 * \ln(H_0/H_f)$ , ce qui permet de comparer les déformations totales et donc l'écroutissage de plusieurs modes de déformation. Notons qu'en compression uniaxiale la déformation de Von Mises et la déformation logarithmique sont égales.

En pratique, avant d'obtenir une courbe contrainte d'écoulement / déformation, il est nécessaire d'apporter quelques corrections aux données enregistrées par le logiciel.

- Il faut tout d'abord prendre en compte la rigidité de la machine (compliance de 0,012 mm/kN) et l'épaisseur du lubrifiant (0,1 mm). Pour cela, il faut corriger le déplacement mesuré :  $d_{\text{corrigé}} = d_{\text{mesuré}} - 0,012F - 0,1$ .
- Il faut ensuite prendre en compte le frottement qui agit sur 4 faces de l'échantillon. Pour cela, on peut utiliser les résultats de l'analyse de la puissance dissipée en frottement réalisée par Chovet et al. [44]. En notant  $\dot{W}_{\text{frottement}}$  la puissance dissipée par le frottement et  $\dot{W}_{\text{plastique}}$  la puissance nécessaire à la déformation plastique, on aboutit à la correction suivante :

$$\bar{\sigma}_{\text{von Mises}} = \frac{\sigma_{\text{compression}}}{\frac{2}{\sqrt{3}} \left( 1 + \frac{\dot{W}_{\text{frottement}}}{\dot{W}_{\text{plastique}}}(\varepsilon) \right)}$$

où :

$$\frac{\dot{W}_{\text{frottement}}}{\dot{W}_{\text{plastique}}} = \frac{\bar{m}}{12L_0 \cdot l_0 \cdot h_0} \left[ l_0 \cdot L^2 + 2L \cdot h \sqrt{L^2 + 4h^2} + 2h^3 \ln \left( \frac{\sqrt{L^2 + 4h^2} + L}{\sqrt{L^2 + 4h^2} - L} \right) + \frac{L^3}{4} \ln \left( \frac{\sqrt{L^2 + 4h^2} + 2h}{\sqrt{L^2 + 4h^2} - 2h} \right) \right]$$

avec  $\bar{m}$  coefficient de frottement (loi de Tresca) et  $L_0$ ,  $l_0$ ,  $h_0$  les dimensions initiales de l'échantillon et  $L$  et  $h$  les dimensions courantes.

Application numérique : Des expériences de channel-die sont faites avec des valeurs typiques de :  $L_0 = 12$  mm,  $h_0 = 15$  mm,  $l_0 = 7$  mm. Pour  $\bar{\varepsilon}_{\text{vonMises}} = 1,5$  et  $\bar{m} = 0,01$ , on

obtient  $\frac{\dot{W}_{\text{frottement}}}{\dot{W}_{\text{plastique}}} = 0,025$  et ainsi :

$$\bar{\sigma}_{\text{vonMises}} = 0,85 \sigma_{\text{compression}} \quad \text{ou encore} \quad \bar{\sigma}_{\text{vonMises}} = 0,97 \frac{\sqrt{3}}{2} \sigma_{\text{compression}}$$

On voit que dans ces conditions les corrections dues au frottement sont assez faibles et nous avons donc testé une simplification de cette formule en supposant que 5% de la force est due au frottement.

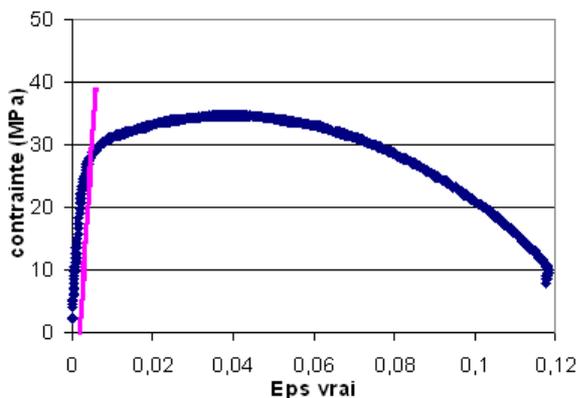


Figure 3.2 a : courbe contrainte-déformation pour un cristal de Mg à 150°C avec correction complète pour le frottement

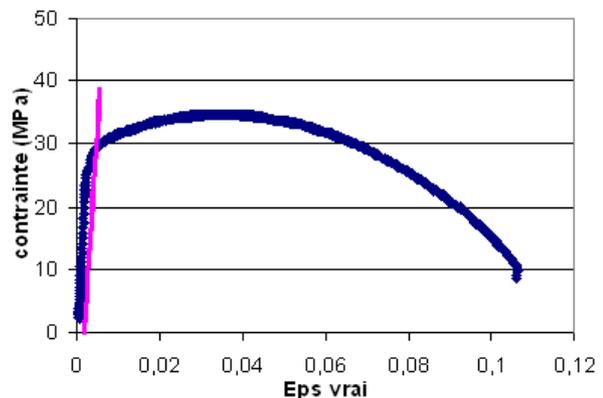


Figure 3.2 b : courbe contrainte-déformation pour un cristal de Mg à 150°C avec correction simplifiée pour le frottement

Une comparaison de ces deux méthodes a été faite pour la contrainte d'écoulement dans l'échantillon A3 (figures 3.2 a et b) d'orientation initiale (90 6 30) comprimé à 150°C. Comme les résultats sont quasiment identiques, et qu'on évalue la précision du matériel de mesure à 5%, nous utilisons toujours la formule simplifiée. Sur les courbes la droite rose est parallèle au domaine élastique et intercepte la courbe contrainte-déformation à 0.2 % de déformation.

### *Observations :*

Nous avons effectué quelques observations optiques, soit sur la surface libre (normale à RD) pour essayer de voir des bandes de glissement, soit sur des échantillons polis puis attaqués chimiquement pour voir les macles et les joints de grain.

Mais nous avons fait le choix d'observer systématiquement tous les monocristaux déformés par EBSD. Les cartes EBSD ont été effectuées sur une partie d'une des deux face normale à TD, donc sur une face RD-ND.

En quelques mots, l'EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) est une technique d'observation des matériaux cristallins utilisant les électrons secondaires rétrodiffusés qui diffractent sur le réseau cristallins. Ces électrons sont émis par le canon à électrons d'un microscope électronique, diffractent sur le réseau du matériau, et sont captés sur un écran au phosphore, où un détecteur retransmet l'image au système d'analyse. Les électrons diffractés forment un cône de diffraction dont seulement une partie apparaît sur l'écran, sous forme de bandes appelées lignes de Kikuchi. Le logiciel Channel 5, édité par HKL technology®, permet d'analyser ces bandes et, selon leur position et la structure cristalline (hexagonale compacte dans notre cas), de calculer l'orientation du cristal. L'EBSD est couplé à un MEB FEG, ainsi l'analyse se fait point par point sur une grande surface observée, et on obtient un fichier appelé carte EBSD qui donne pour chaque point sa position et l'orientation du cristal qui s'y trouve.

### *Préparation EBSD :*

La face normale à TD des échantillons a été polie manuellement au papier abrasif en carbure de silicium, de P500 à P4000, puis nous avons effectué un électropolissage avec une solution d'ACII-1 produite par Struers, avec les paramètres suivants pour le magnésium pur sur surface de 80 mm<sup>2</sup> : 20 secondes, 28 Volts, flux d'électrolyte de 11 pour que la solution affleure la surface de l'échantillon. La machine impose le voltage et donc l'ampérage est une valeur subie : il varie entre 0,8 et 0,4 ampères, avec une stabilisation vers 0,45 ou 0,5 ampères. Les échantillons sont rincés à l'éthanol, puis conservés dans de l'éthanol pour éviter l'oxydation au contact de l'humidité et de l'air, avant d'être introduits dans le MEB.

### *Observation EBSD :*

Les observations se font sur le MEB FEG JEOL 6400 du laboratoire de l'EMSE, équipé d'une caméra EBSD HKL et du système d'exploitation Channel 5. Pour les

échantillons monocristallins déformés, nous faisons des cartes EBSD au grossissement \*400, avec une mosaïque ('stitcher') de 6\*6 cartes. Le déplacement de l'échantillon se fait automatiquement entre chaque carte, d'une surface de 310\*225 µm avec un pas de 5 µm, et ainsi nous obtenons une grande carte EBSD reconstruite de 373\*271 points, dont la précision spatiale est 5 µm. Il faut environ 2h30 pour faire une grande carte sur chaque échantillon, nos paramètres résultent d'un compromis entre le temps d'utilisation du MEB, de la représentativité de la surface observée, et de la taille des éléments que nous voulons voir. Parfois, pour voir des détails, certaines cartes ont été faites à plus gros grossissement et avec un pas plus petit, par exemple 2\*2 cartes à grossissement \*1000 avec un pas de 1 µm. Il est impératif de bien régler les paramètres de Channel 5 avant de lancer l'analyse, et entre autre le MAD qui gère les paramètres géométriques des lignes de Kikuchi. Par exemple il y a de grandes différences entre le magnésium pur et l'AZ31 : en effet les angles théoriques sont différents car le rapport  $c/a$  est différent, à cause des éléments d'alliages. Sur les échantillons déformés à basse température, le taux d'indexation (points indexés / points analysés) varie entre 70 et 80 %, mais sur les échantillons déformés à haute température on dépasse les 90 %. Comme souvent, nous faisons une extrapolation automatique des points non indexés, pour leur donner une orientation proche de l'orientation des grains qui sont autour et améliorer l'esthétique des cartes.

#### *Exploitation des cartes EBSD :*

Nous avons été amené à développer des présentations « maison » des cartographies EBSD pour notre étude. L'objectif est de fournir à chaque orientation (dans un mélange de zones déformées et maclées) une couleur reconnaissable. En plus de la carte nous montrons systématiquement la figure de pôles correspondante, pour montrer à quelle orientation correspond quelle couleur. Toutes les figures de pôles et les angles d'Euler présentés sont dans le repère du channel-die, et non dans le repère de l'EBSD lié à la face de l'échantillon. Pour cela nous avons utilisé la rotation de la chambre virtuelle qui met les axes de la carte dans le repère du channel die, c'est à dire RD horizontalement et ND verticalement, ce qui est obtenu par exemple avec une rotation d'angles d'Euler 0 90 0. Pour mieux comparer les échantillons entre eux, nous avons choisi la rotation de la chambre virtuelle (parmi les 4 possibles) telle que le pôle de la partie parent soit toujours dans le quart supérieur gauche de la figure de pôles (0001).

Nous avons écrit un petit programme qui permet de passer de l'orientation donnée dans le repère de l'EBSD par Channel 5, à l'orientation correspondant à ce qui apparaît sur la figure

de pôle. Ce programme utilise les quaternions, et peut donc être adapté à une orientation quelconque de la chambre virtuelle. Par exemple pour le cristal (90 90 30) déformé à 25°C de 0.04, la rotation de la chambre virtuelle utilisée est (0 90 0), et dans le repère de l'EBSD l'orientation de la partie parent est (102 87 4) ; en utilisant le programme avec les quaternions nous obtenons l'orientation expérimentale (87 78 35), en effectuant l'opération  $Q^{-1}(0\ 270\ 0) * Q(102\ 87\ 4) = Q(87\ 78\ 35)$ .

Le logiciel Channel 5 associe des couleurs aux orientations, et nous utilisons les couleurs en IPF ('inverse pole figure') (figure 3.3), si bien que pour le cristal 90 90 30 la partie parent apparaît en bleu sur les cartes (voir chapitre suivant). Le code couleur des IPF est le suivant :

- les grains d'axe  $\bar{c}$  proche de ND apparaissent en rouge,
- les grains avec un plan  $\{10\bar{1}0\}$  proche de ND apparaissent en bleu,
- les grains d'axe  $[11\bar{2}0]$  proche de ND apparaissent en vert.

Lorsque deux orientations éloignées ont des couleurs trop proches, nous ajoutons des composantes de texture, ce qui introduit artificiellement des couleurs sur la figure de pôles et la carte et permet une meilleure vision des macles. Il faut dans le logiciel Channel 5 sélectionner comme symétrie de l'échantillon « monoclinique », ce qui correspond à aucune symétrie de texture par rapport aux plans du repère.

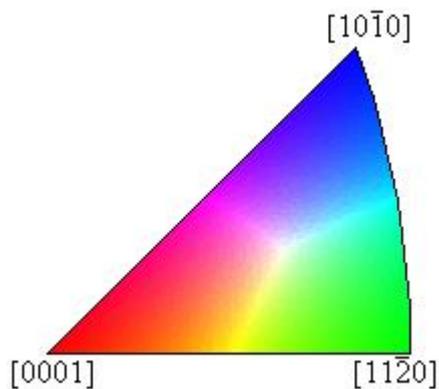


Figure 3.3 : couleurs de la figure de pôles inverse (IPF), direction selon Z

Sur les cartes EBSD, les sous-joints de grain avec des orientations comprises entre 1,5 et 15 degrés apparaissent en gris, les joints de grain de désorientation supérieure à 15° apparaissent en noir. Les joints de macles, caractérisés par un angle spécifique autour d'un axe de type  $[11\bar{2}0]$ , apparaissent en couleurs spécifiques : les joints de macles d'environ 86° correspondant aux macles  $\{10\bar{1}2\}$  sont dessinés en fuchsia ; les joints de macles d'environ 56°

correspondant aux macles  $\{10\bar{1}1\}$  sont en vert turquoise ('teal') ; les joints de macles d'environ  $64^\circ$  correspondent aux macles  $\{10\bar{1}3\}$  et n'ont pas de couleur spécifique mais apparaissent souvent en vert turquoise, et les macles d'un angle d'environ  $38^\circ$  sont en bleu clair ('aqua') et sont caractéristiques du double maillage  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ , ou plus exactement de la variante parmi les 6 possibles qui semble être favorisée, et qui est désorientée par rapport à la matrice de  $38^\circ$ .

*Notation des macles :*

Les cartes EBSD, une fois dépouillées et colorées, sont plus faciles à comparer les unes avec les autres. Nous avons relevé manuellement sur chaque carte l'orientation moyenne des parties caractéristiques, c'est à dire correspondant à la partie parent ou à une macle ou à une tache sur la figure de pôles, et à l'aide du programme qui donne l'orientation des macles pour une orientation parent donnée, nous avons analysé les variantes des macles. Dans le programme, les trois types de macles  $\{10\bar{1}2\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}3\}$  appelés respectivement A, B et C sur les figures, ont 6 variantes dont la position par rapport à la partie parent est la même. Par exemple les variantes A1, B1 et C1 ont l'axe  $[11\bar{2}0]$  en commun, les variantes A6, B6 et C6 ont l'axe  $[2\bar{1}\bar{1}0]$  en commun. Sur la figure 3.4 nous montrons la numérotation des macles autour du plan basal où se trouvent les axes  $\langle 11\bar{2}0 \rangle$  communs entre la partie parent, et seulement le plan A4 de la macle  $(10\bar{1}2)$ .

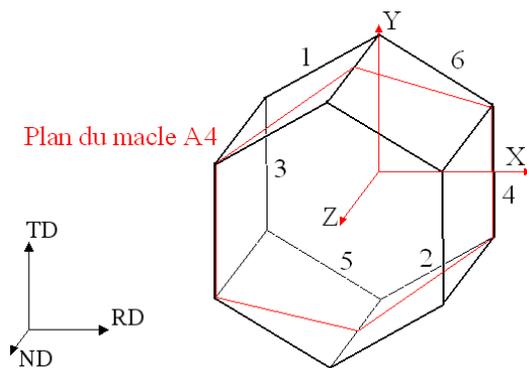


Figure 3.4 : schéma de la maille d'orientation (0 0 0) et de la position des plans de maillage

Sur la figure 3.5 dont l'orientation représentée est  $(90\ 90\ 30)$ , nous montrons aussi l'orientation de 6 variantes de la macle A  $\{10\bar{1}2\}$  ; pour ne pas surcharger la figure seul le plan  $(01\bar{1}2)$  correspondant à la variante A6 est représenté.

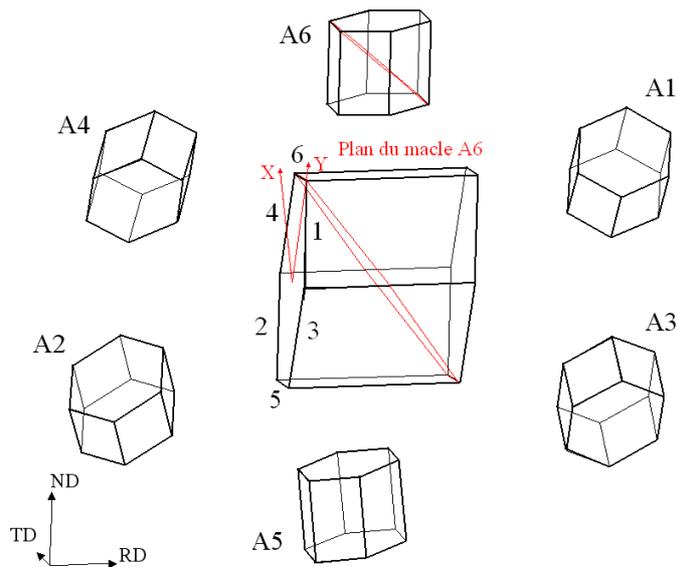


Figure 3.5 : schéma de la maille parent d'orientation (90 90 30) et les 6 variantes {10-12}

### 3) Echantillons en alliage AZ31

Dans le but d'étendre notre étude aux polycristaux, nous avons aussi étudié des échantillons d'alliage AZ31, dont la composition est donnée dans le tableau 3.1. L'alliage AZ31 a été fourni par la compagnie Magnesium Elektron, sous forme d'une plaque laminée de 2 cm d'épaisseur.

Eléments	Aluminium	Zinc	Manganèse	Magnésium
Composition	2,5 - 3,5 %	0,7 - 1,3 %	0,20 – 1,0 %	balance

Tableau 3.1 : composition chimique massique, minimum et maximum, de l'AZ31

Dans le but d'avoir des grains propres, de grosse taille, bien identifiés, nous avons effectué un recuit au four de 28 h à 350°C sur nos échantillons.

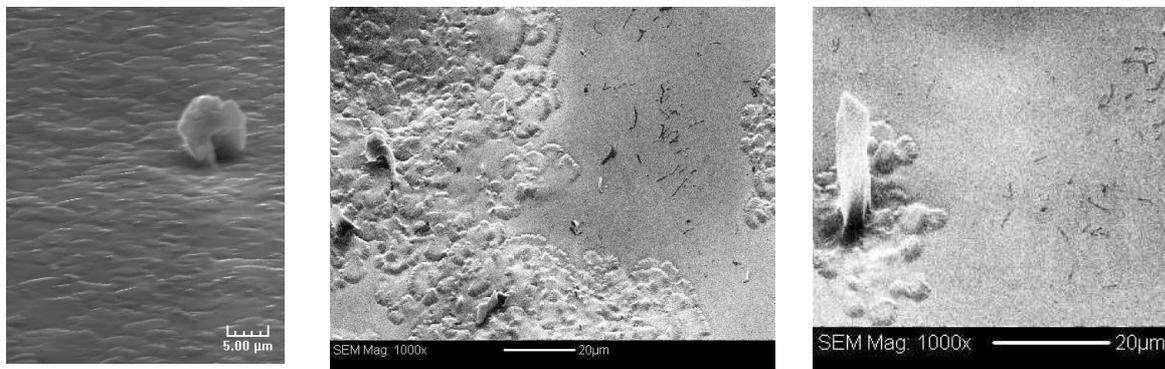
Pour l'alliage, nous avons aussi effectué des essais de channel-die et des observations avec l'EBSD, donc nous ne décrirons que les étapes qui diffèrent du procédé expérimental appliqué au magnésium pur.

Les échantillons en alliage AZ31 sont découpés par usinage à l'atelier de l'EMSE, l'état de surface permet de les utiliser directement pour les essais mécaniques. Nous avons fait découper 3 types d'échantillons, qui seront présentés dans le chapitre VI.

Les essais de compression plane bi-encasté sont tous effectués à la vitesse de  $0.01 \text{ s}^{-1}$ , soit assez lentement, car nous avons effectué des essais à température ambiante et espérons alors

activer suffisamment les systèmes de glissement pour ne pas casser nos échantillons. Dans la plupart des cas nous avons aussi visé une déformation d'environ 10 %.

Pour l'observation par EBSD, les échantillons sont polis jusqu'au P4000 sur la face normale à TD, puis nous effectuons un électropolissage avec la même solution ACII-1, pendant 20 s, mais sous une tension imposée de 24 volts sur une surface d'environ 80 mm<sup>2</sup>, le courant mesuré varie entre 0,7 et 0,4 ampères et se stabilise rapidement entre 0,4 et 0,45 A. Là aussi nous rinçons nos échantillons à l'éthanol, puis les conservons baignant dans l'éthanol jusqu'à leur entrée dans le MEB. Du fait des nombreux précipités présents dans l'alliage, il y a de nombreuses zones non indexées ; ces précipités riches en aluminium sont parfaitement visibles au MEB car ils ressortent de la surface, ils n'ont pas été attaqués par le polissage électrolytique (figures 3.6).



Figures 3.6 : photos MEB de précipités sur AZ31 électropoli

Systématiquement pour tous les échantillons observés et présentés par la suite, pour avoir des cartes représentatives de la texture, détaillées et comparables entre elles, nous avons fait en grossissement \*1000 4\*4 cartes en mosaïque de 125\*92 µm, avec un pas de 0,5 µm, et ainsi obtenu 1 grande carte EBSD de 1002\*738 points. Il faut environ 10 heures pour obtenir une telle carte. Ensuite chaque grande carte est dépouillée en utilisant aussi les couleurs de l'IPF, et en plus des figures de pôles en couleur, nous présentons les figures de pôles en contour, où le rouge représente la plus grande densité de texture et le bleu la plus faible densité.



## Chapitre IV : Déformation de monocristaux de Mg en compression plane

### 1) Introduction

*Choix des expériences :*

Nous avons effectué des essais en compression plane (channel-die) de cristaux de Mg entre l'ambiante et 450°C afin de mieux comprendre les mécanismes de déformation de polycristaux en laminage. Une dizaine de cristaux a été testée avec une grande variété d'orientations indiquée dans le tableau suivant (tableau 4.1). Dans la mesure du possible nous avons choisi ces orientations afin d'activer l'ensemble des mécanismes potentiels et donc d'évaluer leur variation avec la température.

Cristal	Orientation approchée	Orientation mesurée	Températures de déformation (°C)	Systèmes attendus
I	90 90 30	88 84 32	25 à 450	Maclage $\{10\bar{1}2\}$
II	0 90 30	1 89 32	25 à 450	Maclages $\{10\bar{1}2\}$ et $\{10\bar{1}1\}$ ou glissement prismatique
II	0 0 0	45 1 17	25 à 450	Maclage $\{10\bar{1}1\}$ ou $\{10\bar{1}3\}$
II	30 0 0	45 1 43	250 à 450	Glissement pyramidale II
I	90 6 30	72 6 46	25 à 450	Glissement basal
III	15 90 0	15 88 4	250 et 350	Glissement basal et maclage $\{10\bar{1}2\}$
III	75 90 0	75 88 56	250 et 350	Maclage $\{10\bar{1}2\}$
III	0 15 30	8 15 21	150 à 350	Maclages $\{10\bar{1}2\}$ et $\{10\bar{1}1\}$ et glissement basal
III	90 15 30	82 15 33	25 à 450	Glissement basal
III	90 75 30	88 75 34	250	Glissement basal et maclage $\{10\bar{1}2\}$

Tableau 4.1 : orientations des échantillons et observations attendues

En pratique tous ces échantillons sont issus de 3 barreaux monocristallins (numérotés I à III) dont l'axe de croissance (mesures par la méthode de Laue) est systématiquement proche de l'axe  $\bar{c}$ . Pour les deux premiers barreaux monocristallins, dont les faces inférieures et

supérieures étaient proche du plan prismatique  $\{10\bar{1}1\}$ , nous avons essayé d'obtenir des échantillons avec des orientations idéales (d'indices de Miller simples) ; dans le dernier monocristal n° III nous avons prélevé plusieurs orientations dites non-idéales.

Nous avons donc fait découper plusieurs échantillons de diverses orientations dans les barreaux monocristallins (les faces des échantillons étant parallèles aux faces du barreau). L'orientation dite mesurée du tableau est celle de l'échantillon après découpage (calculée avant la découpe à partir du monocristal initial en faisant abstraction des variations d'orientation dues aux sous-joints). Du fait des incertitudes d'alignement, l'échantillon testé peut avoir une petite différence par rapport au cristal original, différence constatée par EBSD. Lorsque ce problème apparaît nous le signalons et utilisons alors l'orientation observée par EBSD pour les simulations.

En ce qui concerne les simulations, nous devons préciser les  $\tau_c$  sur les différents systèmes,  $\tau_c$  que justement nous cherchions. Nous avons adopté une procédure « itérative » en commençant avec des valeurs de la littérature et en les modifiant au fur et à mesure de nos expériences. Nous discuterons au Chapitre V les valeurs ainsi obtenues. Les valeurs des  $\tau_c$  sont données, dans les tableaux de synthèse des simulations, systématiquement dans l'ordre suivant : CRSS glissement basal, prismatique, pyramidal I, pyramidal II, maclage  $\{10\bar{1}2\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$ ,  $\{10\bar{1}3\}$  ; c'est à dire une suite de 7 chiffres.

Sauf mention explicite contraire, les monocristaux déformés dans cette partie ont été compressés dans le channel-die à la vitesse de  $0.1 \text{ s}^{-1}$ .

#### *Nomenclature :*

Pour le dépouillement des cartes EBSD, nous nous sommes arrangé pour que la partie parent du cristal soit dans le quart supérieur droit de la figure de pôles, ainsi les orientations initiales ont des angles d'Euler  $\phi_1 \Phi \phi_2$  compris entre  $0-90 \ 0-90 \ 0-60$ .

Nous rappelons que les macles de traction  $\{10\bar{1}2\}$  sont appelées A sur les figures, avec les variantes allant de A1 à A6, les macles de compression  $\{10\bar{1}1\}$  B et les macles  $\{10\bar{1}3\}$  C ; le numéro des variantes est redonné dans le tableau 4.2 et la partie parent est notée P. Eventuellement, si la partie parent présente une variation significative d'orientation (d'origine ou par déformation hétérogène) cette seconde partie sera notée P1. Pour chaque famille de monocristaux (c'est à dire pour chaque orientation initiale) nous présentons le dépouillement

total d'au moins une carte, c'est à dire que nous identifions toutes les variantes de macles observées ; nous comparons les macles observées avec les macles que l'on devrait obtenir d'après la simulation numérique, et les conditions (CRSS, déformation) rentrées dans le programme pour obtenir ce résultat.

Macles $\{10\bar{1}2\}$		Macles $\{10\bar{1}1\}$		Macles $\{10\bar{1}3\}$	
A1	(-1102)	B1	(-1101)	C1	(-1103)
A2	(1-102)	B2	(1-101)	C2	(1-103)
A3	(-1012)	B3	(-1011)	C3	(-1013)
A4	(10-12)	B4	(10-11)	C4	(10-13)
A5	(0-112)	B5	(0-111)	C5	(0-113)
A6	(01-12)	B6	(01-11)	C6	(01-13)

Tableau 4.2 : nomenclature de la numérotation des macles

## 2) Cristaux 90 90 30

L'orientation initiale réelle est (88 84 32), la simulation avec cette orientation prévoit que la partie parent du cristal se déforme uniquement par maclage de traction  $\{10-12\}$  dont nous avons rappelé les variantes de A1 à A6 (figure 4.1).

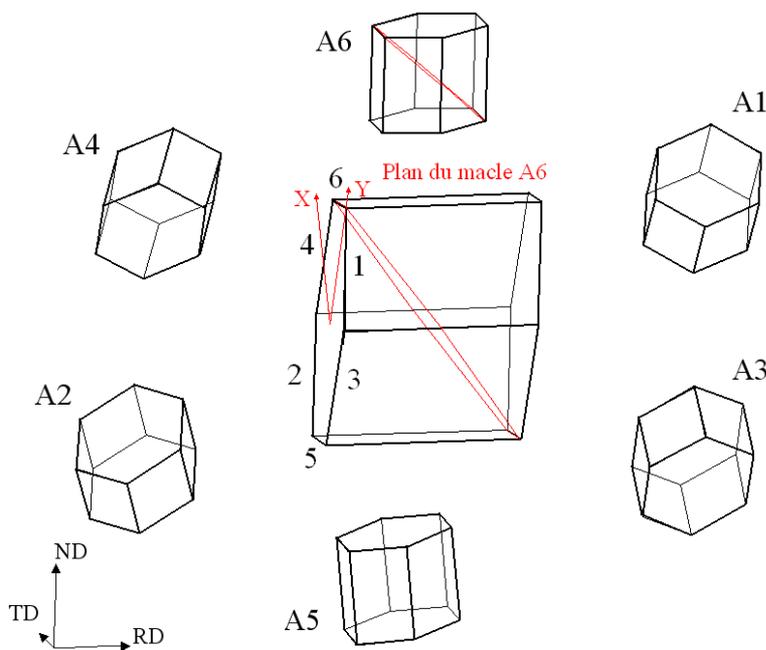


Figure 4.1 : schéma de la maille parent d'orientation 090 90 30 et les 6 variantes  $\{10\bar{1}2\}$

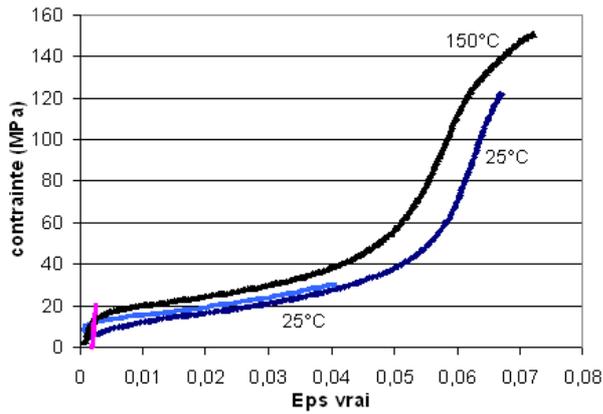


Figure 4.2 (a) : courbes (90 90 30) à 25°C de 0.04 et 0.065, à 150°C de 0.071

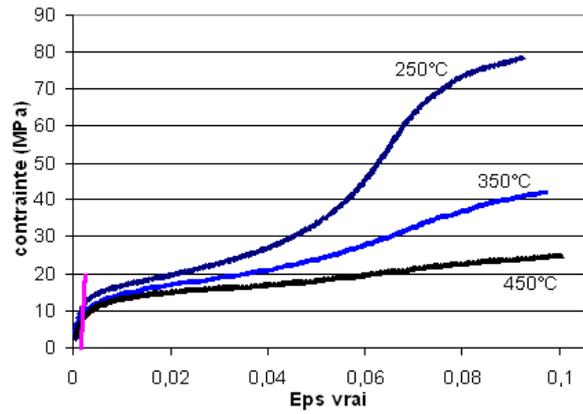
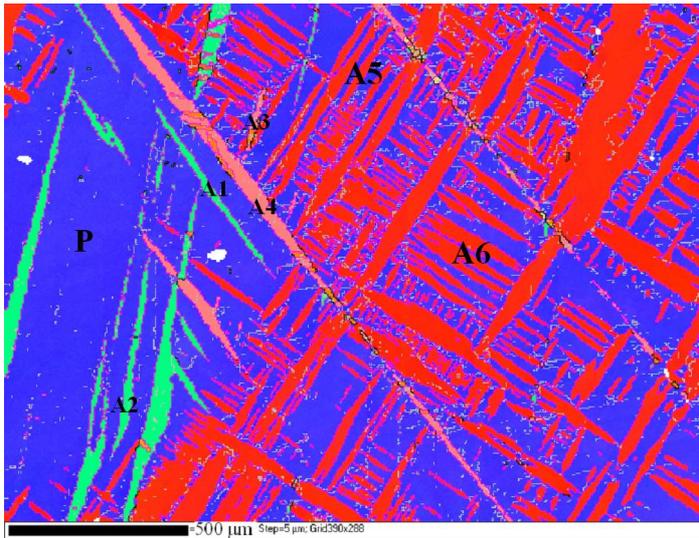


Figure 4.2 (b) : courbes (90 90 30) à 250°C de 0.092, à 350°C de 0.096, à 450°C de 0.099

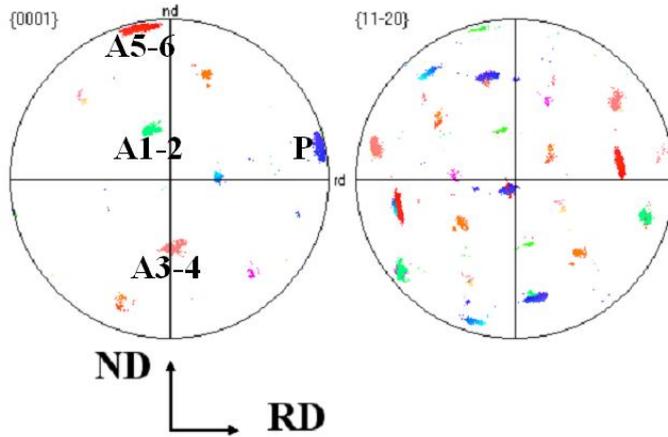
Les courbes contrainte-déformation pour cette orientation sont données figures 4.2 a et b pour les 5 températures. Sur la figure on constate, pour des températures inférieures à 300°C, un net plateau des contraintes d'écoulement, à des contraintes assez faibles, jusqu'à 5% de compression, et ensuite un rapide écrouissage – par un facteur de 5 environ. Cette courbe a une forme inhabituelle (mais conforme à une courbe publiée par Kelley [12] pour 20°C) qui est due au maclage actif dans les premiers stades de la déformation, suivi par du glissement dans les macles du cristal entièrement maclé. En effet cette orientation doit se déformer initialement par maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  qui donne ensuite une orientation beaucoup plus dure pour le glissement basal.

En détails la simulation (avec comme conditions d'entrée les CRSS = 1 8 8 10 2 6 6 (pour respectivement les glissements basal, prismatique, pyramidal I, pyramidal II, les maclages  $\{10\bar{1}2\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}3\}$ ), et le modèle « Channel die monocristal » ) prévoit après 10 % de déformation l'apparition de macles A4 (minoritaire) et de A6 (majoritaire) sous une contrainte faible  $\sigma_{zz}$  verticale (dans la partie parent) de  $2,12 * \tau_c$  basal. En pratique nous observons sur l'échantillon déformé à température ambiante (figures 4.3) autant de variantes A5 et A6, et un peu des autres variantes.

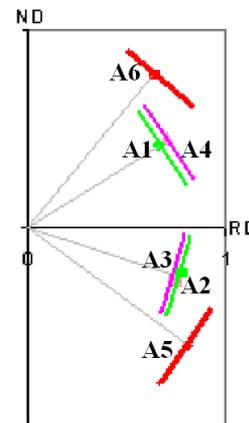
Dans notre simulation nous avons permis au cristal de se scinder en parties maclées (avec une partie parent). La réorientation de ces parties maclées les amène vers des orientations avec des contraintes élevées de  $10,5 * \tau_c$  basal (pour la variante A4) et  $18,5 * \tau_c$  basal (pour A6). Ce durcissement théorique par réorientation des macles est du même ordre que les variations de contrainte mesurées, (Figures 4.2).



(a) : Carte EBSD de (90 90 30) déformé de 0.04 à 25°C



(b) : figure de pôles  
Figures 4.3



(c) : schéma des plans de macle

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P	86	77	35	Parent	88	84	32		
A5	110	168	54	(0-112)	100	170	42	0.8	-0.6
A6	110	168	54	(01-12)	129	177	11	0.65	0.76
A4	178	55	48	(10-12)	177	58	55	0.71	0.44
A3	5	125	14	(-1012)	6	121	9	0.74	-0.28
A2	172	115	47	(1-102)	171	117	51	0.78	-0.24
A1	168	114	46	(-1102)	179	118	55	0.67	0.4

Tableau 4.3. identification des macles pour les monocristaux (90 90 30) en compression plane bi-encastrée.

Sur les figures 4.3 (a, b et c), pour faciliter la lecture des cartes EBSD et des figures de pôles, nous avons rajouté quelques composantes de textures pour éviter de confondre des orientations différentes avec une même couleur, c'est pourquoi les macles de variante A1 et A2 apparaissent en vert et les macles de variante A3 et A4 apparaissent en rose saumon.

L'analyse des macles (tableau 4.3) nous permet d'identifier sans ambiguïté les variantes observées, car elles possèdent soit une orientation très différente, soit une inclinaison différente. Notons que le schéma des plans de macle a été fait en utilisant les coordonnées de la normale aux plans des macles.

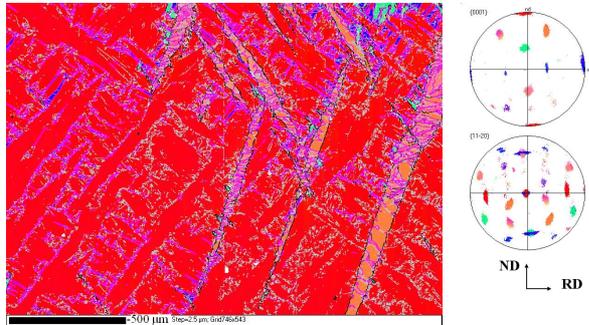


Figure 4.4 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 25°C de 0.065

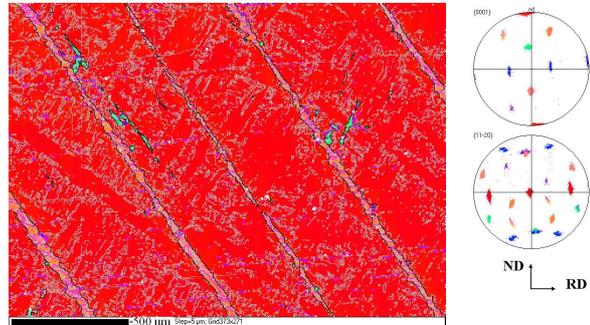


Figure 4.5 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 150°C de 0.071

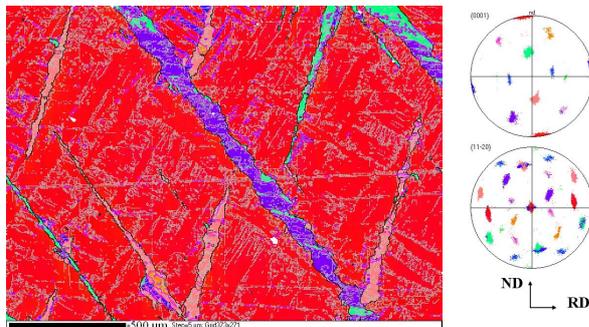


Figure 4.6 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 250°C de 0.092

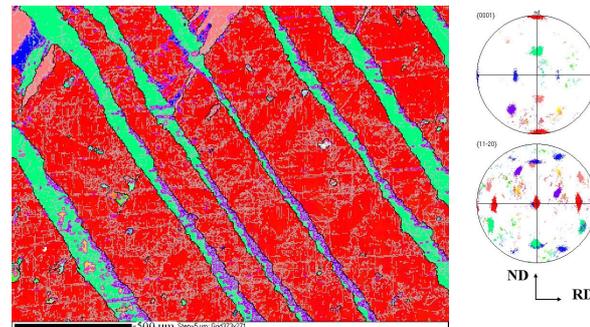


Figure 4.7 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 350°C de 0.096

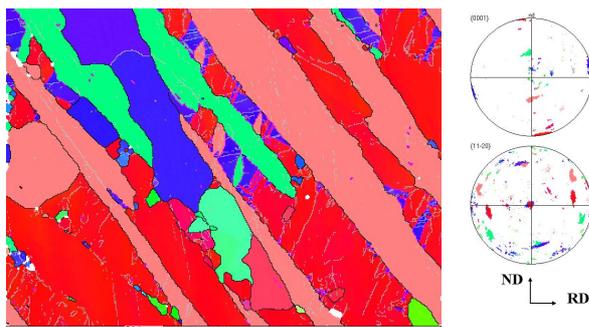


Figure 4.8 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 450°C de 0.099

L'influence de la température sur les systèmes de maillage lors de la compression de ces cristaux est illustrée par les figures 4.4 à 4.8. Bien que plusieurs monocristaux (90 90 30) aient été déformés aux mêmes températures (essentiellement dans le but de vérifier la reproductibilité des expériences) nous avons sélectionné un échantillon pour chaque

température de déformation allant de 25 à 450°C, et dont la carte EBSD et sa figure de pôles correspondante sont présentées.

On voit d'abord sur ces cartes EBSD que pour des déformations de 0.06 à 0.1 il n'y a presque plus de partie parent, laquelle est donc entièrement maclée après une déformation de 0.05 environ. La variante A6 (rouge) s'opère principalement à toute température bien que les variantes minoritaires s'opèrent aux différentes températures. On notera que le cristal (90 90 30) déformé à 450°C (figure 4.8) est partiellement recristallisé, mais on reconnaît sans peine les anciennes macles et leur position. Le fait qu'il y ait très peu de nouveaux grains recristallisés nous amène à penser qu'il y a eu peu de dislocations créées au cours de la déformation, donc que la partie parent s'est déformée uniquement par maclage et que les macles ne se sont que peu déformées ensuite.

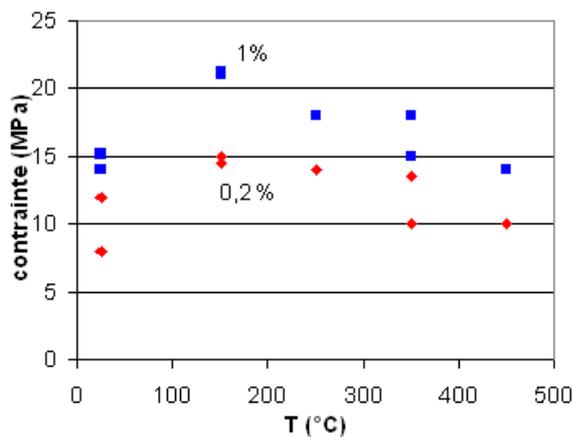


Figure 4.9 : contrainte d'écoulement à 0.2 et 1% du maclage  $\{10\bar{1}2\}$  mesurée sur les cristaux (90 90 30)

Le graphique (figure 4.9) résume les contraintes de maclage à 0.2 et 1 % compression en fonction de la température de déformation, pour l'ensemble des monocristaux (90 90 30) déformés. On remarque une petite augmentation de cette contrainte jusqu'à 150°C suivie d'une faible baisse jusqu'à 450°C où les contraintes sont très similaires à celles à 20°C. Globalement la contrainte de maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  ne varie pas beaucoup avec la température. C'est un premier résultat original de notre travail.

Certaines macles d'extension A1 (vert) ont subi un maclage  $\{10\bar{1}2\}$  supplémentaire, nous ne parlerons pas de double maclage (terme qui est réservé aux macles de compression ayant subi un maclage  $\{10\bar{1}2\}$  ultérieur), et cette nouvelle partie apparaît en violet ; de même certaines macles d'extension A3 et A4 (rose) ont subi un maclage  $\{10\bar{1}2\}$  supplémentaire qui apparaît en orange.

### 3) Cristaux 0 90 30

L'orientation initiale est  $(1\ 89\ 32)$  et on s'attend soit à une combinaison du maillage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  et de traction  $\{10\bar{1}2\}$ , soit à du glissement prismatique (à chaud). Un échantillon déformé à 25°C a cassé à environ 3% de déformation sous une contrainte élevée de 250 MPa, après un écrouissage très important rendant la courbe contrainte-déformation difficilement exploitable. Pour les échantillons déformés à chaud de 150 à 450°C, nous avons pratiqué deux déformations, à environ 10% et 30%, dont les résultats sont présentés regroupés par température (figures 4.10 et 4.11).

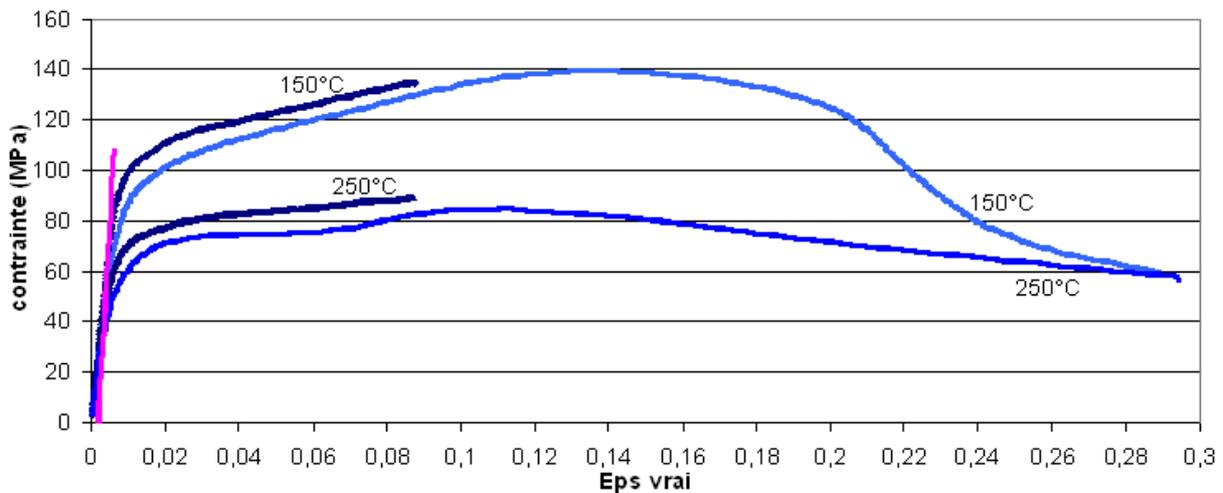


Figure 4.10 : courbes (0 90 30) à 150°C de 0.083 et 0.29, à 250°C de 0.082 et 0.30. L'échantillon (0 90 30) déformé à 150°C a cassé à environ 0.2 de déformation, d'où la chute de la contrainte.

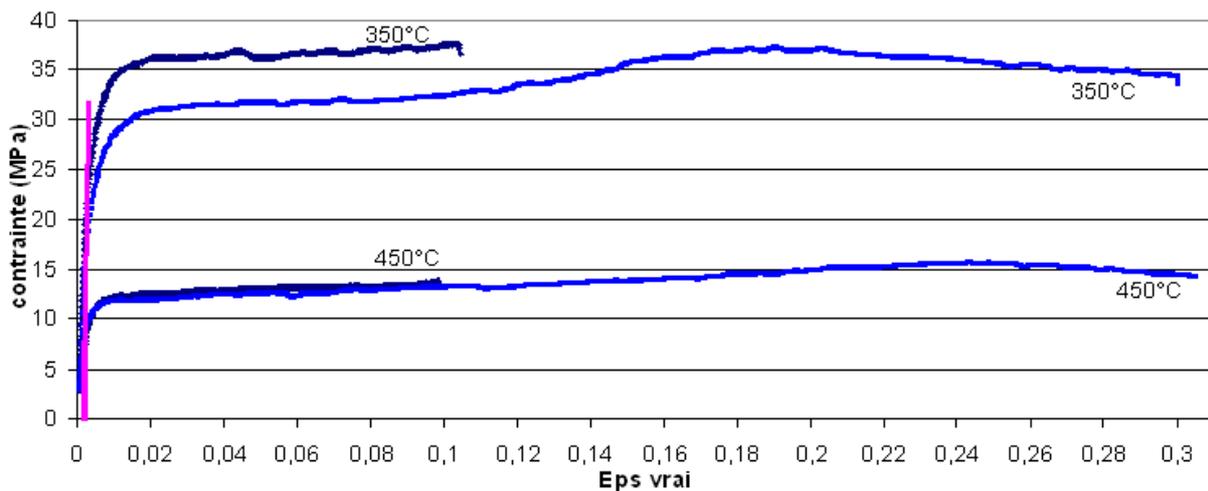


Figure 4.11 : courbes (0 90 30) à 350°C de 0.11 et 0.30, à 450°C de 0.10 et 0.32

D'abord on constate que les courbes de contrainte-déformation de cette orientation présentent une forme plus classique pour la déformation à chaud, mais avec des contraintes d'écoulement très sensibles à la température ( $\sigma_{zz}$  baissant de 110 MPa à 150°C à 12 MPa à

450°C). Les courbes contrainte-déformation et l'analyse EBSD montrent que la contrainte de maillage de compression baisse sensiblement avec la température entre l'ambiante et 250°C mais qu'au delà c'est le glissement qui prédomine.

Le modèle prévoit qu'autour de l'orientation de haute symétrie (0 90 30), les systèmes de glissement et de maillage activés sont très sensibles au CRSS (tableau 4.4) mais que les contraintes d'écoulement doivent être élevées dans tous les cas. On déduit aussi du tableau 4.4 qu'à basse température, la CRSS du glissement prismatique est au moins deux fois plus élevée que la CRSS du maillage de compression calculée.

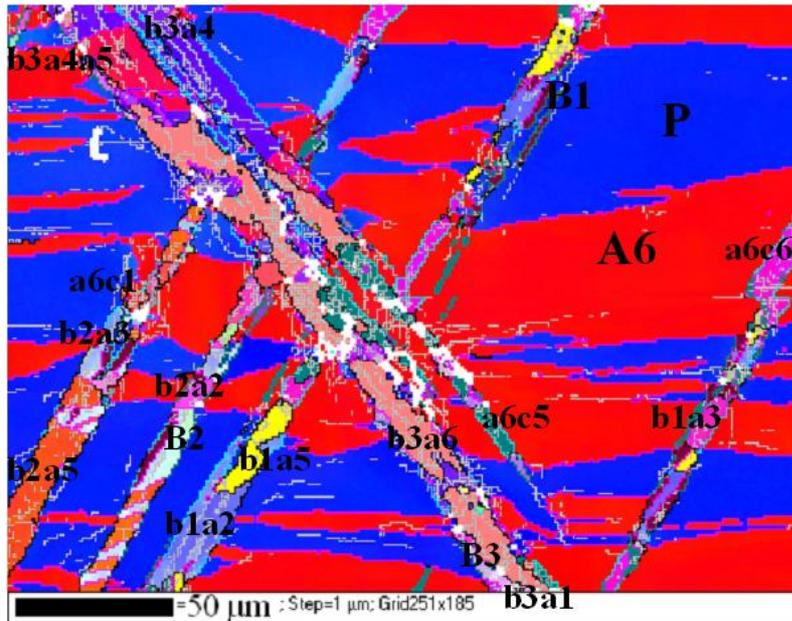
Orientation initial	CRSS	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\varepsilon=1\%$ )
1 89 32	1 8 8 10 2 5 6	glissement prismatique n°4	17.59* $\tau_c$ basal
	1 9 9 12 2 5 6	glissements prismatique n°4, macles A6; B1; b1a1	19.75* $\tau_c$ basal
	1 10 10 12 2 5 6	A5, B1, B2, b1a1, b2a1	20.5* $\tau_c$ basal

Tableau 4.4 : résumé de simulations sur le cristal (0 90 30)

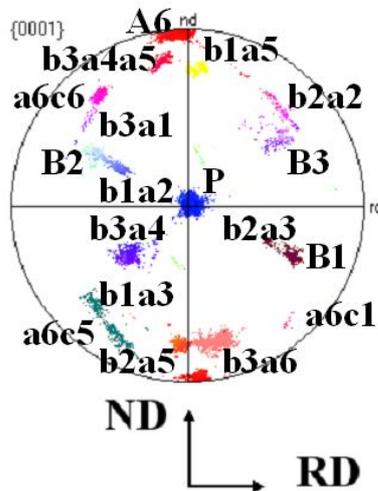
Si le maillage de compression est presque deux fois plus facile que le glissement prismatique (ou pyramidale I), on a de multiples systèmes de maillage, mais si le glissement prismatique est actif, alors ce glissement fait tourner l'orientation initiale vers l'orientation (0 90 0) qui est stable.

Pour comprendre ce qui se passe à température intermédiaire, nous présentons la carte EBSD du cristal déformé 8% à 150°C, ainsi que les macles que nous avons identifiées (figures 4.12).

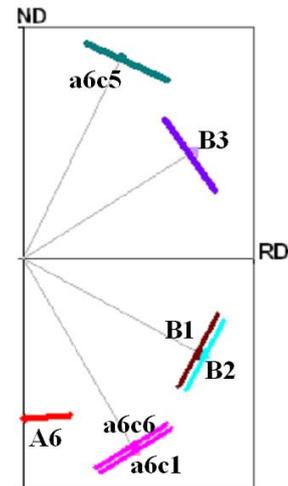
Sur cette carte, nous observons de fines bandes de maillage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  notées B superposées sur un fond de partie parent (bleu foncé) et du maillage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  (A rouge). Nous observons clairement 3 types de macles de compression, B1, B2 et B3, qui ont traversé les macles de traction en donnant respectivement des macles re-maclées a6c6, a6c1 et a6c5. Toutefois il n'est pas évident que les macles que nous avons appelé a6-(c1, c5 et c6) soient des macles du type  $\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}3\}$ , car l'orientation est assez éloignée et l'inclinaison des plans de macle aussi. Si ce n'est pas une macle de type B qui a crû dans une macle de type A, sous la forme d'une macle de type C (pour donner une macle du type a6c-), alors il est possible que ce soient des macles b-a-a-, c'est à dire  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}\{10\bar{1}2\}$ .



(a) : Carte de (0 90 30) déformé de 0.083 à 150°C



(b) : Figure de pôles  
Figures 4.12



(c) : schéma des plans de macle

numéro	orientation expérimentale			identification	orientation théorique			plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	X=RD	Y=ND
P	2	90	33	Parent	1	89	32		
A6	117	178	25	A6	144	177	53	-0.01	0.7
				A5	24	175	53	0.04	-0.67
A6c1	68	137	40	A6c1	62	116	33	0.49	-0.84
				A6b2	63	123	34	0.76	0.48
				B2a2a5	56	134	31		
B2	131	114	16	B2	128	113	16	0.79	-0.41
B2a5	173	23	54	B2a5	165	24	56		
B2a3	37	105	38	B2a3	35	106	37		
B2a2	57	50	37	B2a2	55	48	31		
A6c6	123	138	31	A6c6	121	113	31	0.48	-0.82
				A6b5	122	121	31	0.74	0.51

				B1a3a5	122	135	26		
B1	52	110	42	B1	53	112	43	-0.77	0.42
B1a5	17	23	3	B1a5	18	22	2		
B1a2	147	107	22	B1a2	147	107	22		
B1a3	127	49	26	B1a3	128	49	26		
A6c5	123	35	28	A6c5	120	61	31	0.43	0.87
				A6b6	120	53	31	0.77	-0.43
				B3a1a5	128	34	27		
B3	51	62	19	B3	53	63	18	0.74	0.46
B3a6	28	156	17	B3a6	25	154	5		
B3a4	147	66	28	B3a4	148	72	33		
B3a1	124	127	32	B3a1	125	128	28		
B3a4a5	153	159	33	B3a4a5	156	158	38		

Tableau 4.5 : identification des macles pour les monocristaux (0 90 30) en compression plane bi-encastrée

En effet l'orientation théorique la plus proche que nous avons trouvée correspond à une macle  $\{10\bar{1}1\}$  qui a re-maclé deux fois avec du maillage de traction  $\{10\bar{1}2\}$ . Toutefois comme il y a un pôle  $[11\bar{2}0]$  (c'est à dire un axe  $\vec{a}$ ) commun entre A6 et cette macle, nous avons raisonnablement supposé que le maillage a lieu sur un plan proche de  $\{10\bar{1}3\}$  et avons donc décidé de l'appeler A6-(c1, 5 ou 6). Quoi qu'il en soit, les macles de type  $\{10\bar{1}1\}$  sont bien visibles sur les figures 4.13 et 4.14, et les figures de pôles correspondantes ont les pôles aux mêmes endroits.

Le même type de comportement est observé à 250°C bien que les macles de compression soient partiellement recristallisées, par exemple les régions vertes Figures 4.15 et 4.16. Nous voyons là aussi sur les figures de pôles que les macles apparaissent aux mêmes orientations que pour les échantillons déformés à 150°C. Le fait qu'il y ait eu recristallisation à une si faible température suggère qu'il y a eu beaucoup de déformation dans les macles de compression. Il n'y a par contre eu aucune rotation de la partie parent.

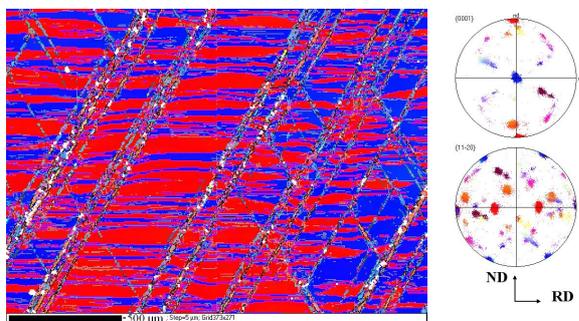


Figure 4.13 : carte et figure de pôles de (0 90 30) à 150°C de 0.083

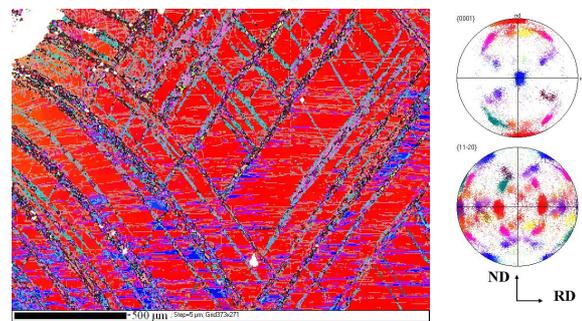


Figure 4.14 : carte et figure de pôles de (0 90 30) à 150°C de 0.29

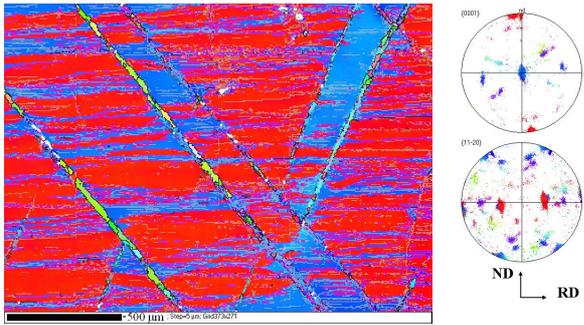


Figure 4.15 : carte et figure de pôles de (0 90 30) à 250°C de 0.082

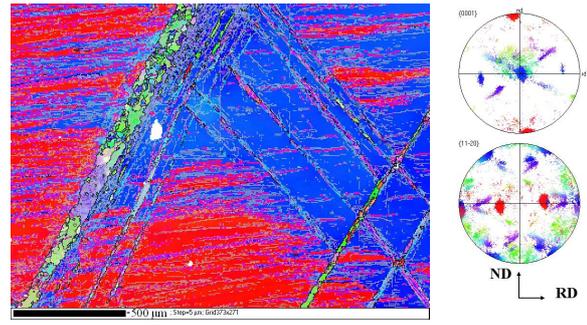
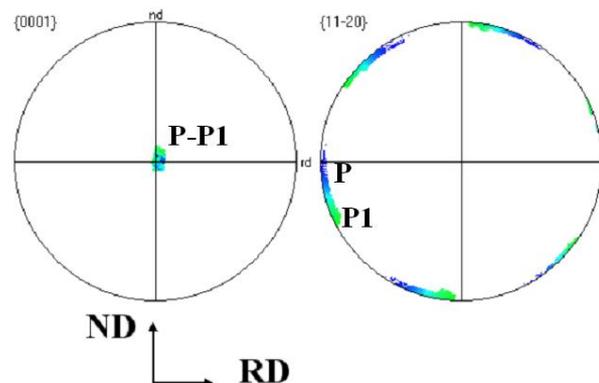
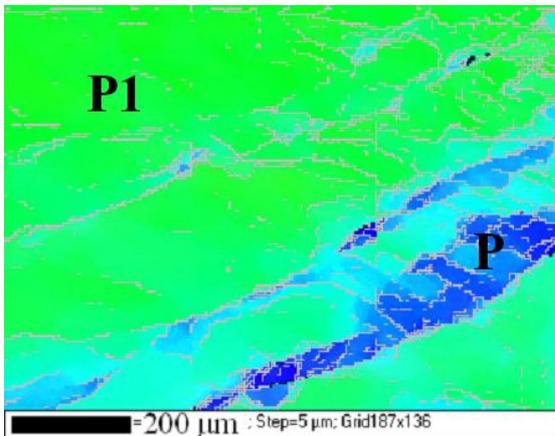
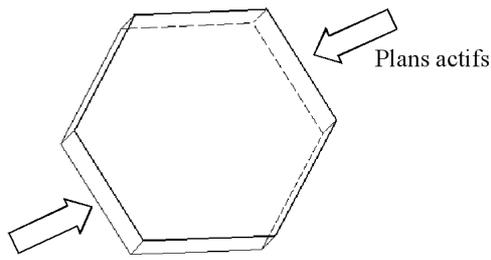


Figure 4.16 : carte et figure de pôles de (0 90 30) à 250°C de 0.30

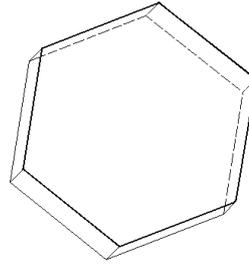
A haute température à 350-450°C (figures 4.17 à 4.21) il n'y a plus de maillage (que ce soit de compression ou de traction), et nous observons les effets du glissement prismatique ou du glissement pyramidale I (il n'est pas possible de faire la différence entre les plans prismatiques et les plans pyramidaux I en regardant la face TD par EBSD). L'inclinaison de ces plans de glissement peut se deviner sur les cartes des échantillons déformés à 10% car ils correspondent à des zones qui ont été très déformées et ont recristallisées (Figures 4.18 et 4.20 où on voit 2 traces vertes parmi les 3 possibles). Nous avons schématisé sur la carte EBSD (Figure 4.17) la rotation de la partie parent ; P représente la partie parent initiale, en bleu, et P1 la partie du cristal qui a tourné autour de TD vers l'orientation (0 90 0) sous l'effet du glissement. Les sous-joints de grain visibles entre les parties P et P1 sont clairement alignés sur les plans prismatiques (ou pyramidaux I). La simulation prévoit que sous l'effet du glissement (prismatique et/ou pyramidal I) le monocristal tourne vers une orientation très proche de (0 90 0) sous l'effet d'un seul système de glissement (indiqué figure 4.17 (c)). La petite désorientation initiale du monocristal impose le sens de rotation sans ambiguïté.



(a) carte et (b) figure de pôles de (0 90 30) déformé à 350°C de 0.30



(c) Orientation avant déformation  
Figures 4.17



(d) Orientation après 30% déformation

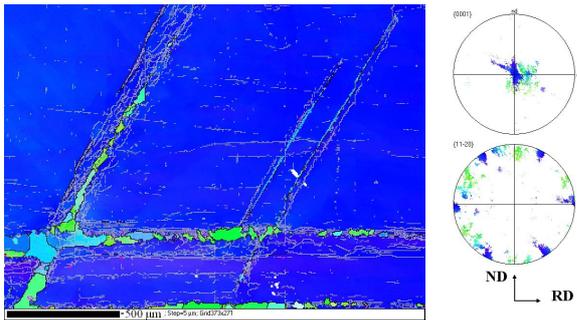


Figure 4.18 : carte et figure de pôles de (0 90 30) à 350°C de 0.11

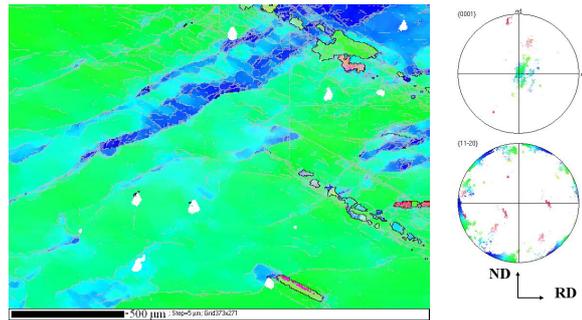


Figure 4.19 : carte et figure de pôles de (0 90 30) à 350°C de 0.30

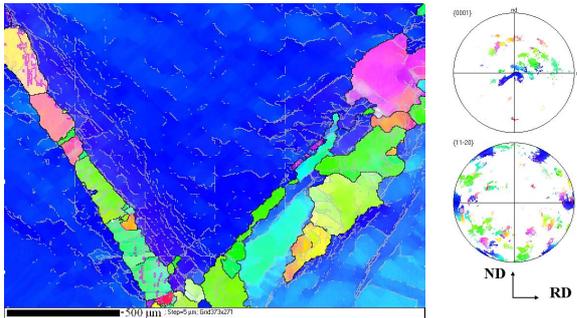


Figure 4.20 : carte et figure de pôles de (0 90 30) à 450°C de 0.10

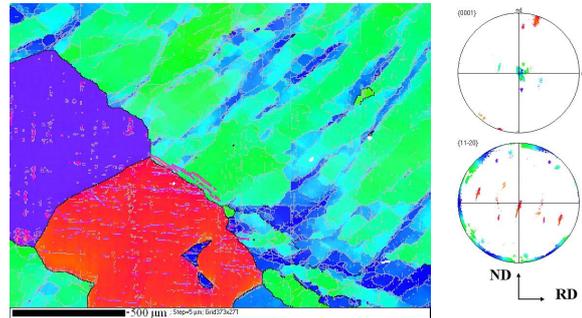


Figure 4.21 : carte et figure de pôles de (0 90 30) à 450°C de 0.32

Le paragraphe suivant sur les cristaux (0 0 0) montrera qu'à température intermédiaire, la CRSS du maillage de compression calculée à partir des cristaux (0 90 30) est probablement sous évaluée, ce qui revient à dire que la contrainte  $\sigma_{zz}$  calculée par le programme est sur-évaluée, et il est probable que des concentrations de contraintes fassent apparaître le maillage de compression à des contraintes plus faibles que lors d'essais de compression selon  $\bar{c}$ .

#### 4) Cristaux 0 0 0

L'orientation initiale exacte est (45 1 17) ; la simulation (tableau 4.6) avec cette orientation (compression selon l'axe  $\bar{c}$ ) prévoit soit du maillage  $\{10\bar{1}1\}$ , soit  $\{10\bar{1}3\}$ , soit du glissement pyramidal II, lesquels dépendent des CRSS relatives de ces 3 systèmes.

Orientation initiale	CRSS (T° élevé)	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ )
45 1 17	1 6 6 8 2 8 8	Basal n°3, prismatique n°5, maillage C2 et c2a1	17.67* $\tau_c$ basal
	1 6 6 8 2 8 9	Basal n°3, prismatique n°5, maillage B1 et b1a3	19.04* $\tau_c$ basal
	1 6 6 8 2 9 10	Prismatique n°5, pyramidal II n°14 et 17	20.81* $\tau_c$ basal

Tableau 4.6 : résumé de simulations sur le cristal (0 0 0)

En pratique cette orientation est très dure mais les courbes contrainte-déformation (figures 4.22 et 4.23) montrent un adoucissement après les premiers stades de déformation plastique, surtout à 150°C ; en effet les macles et les doubles macles ont des orientations plus molles, permettant le glissement basal dans les macles.

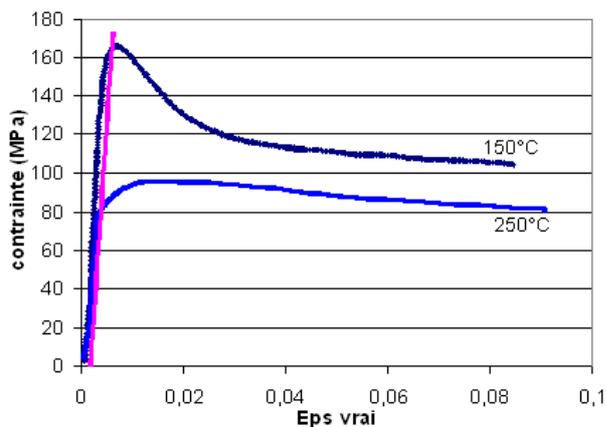


Figure 4.22 : courbes (0 0 0) à 150°C de 0.082, à 250°C de 0.091

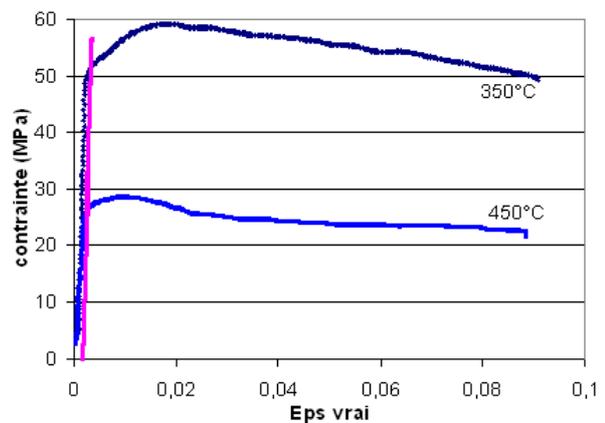
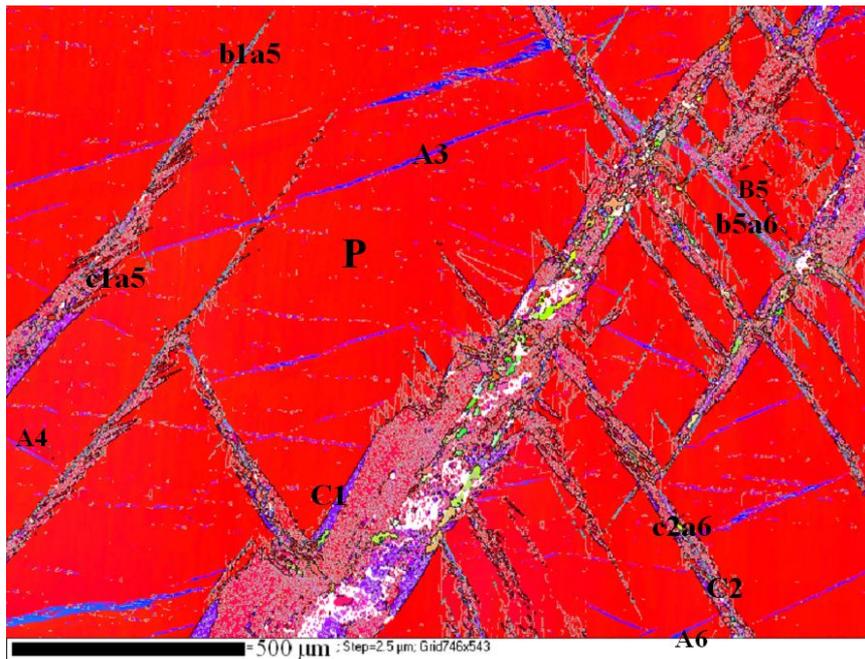
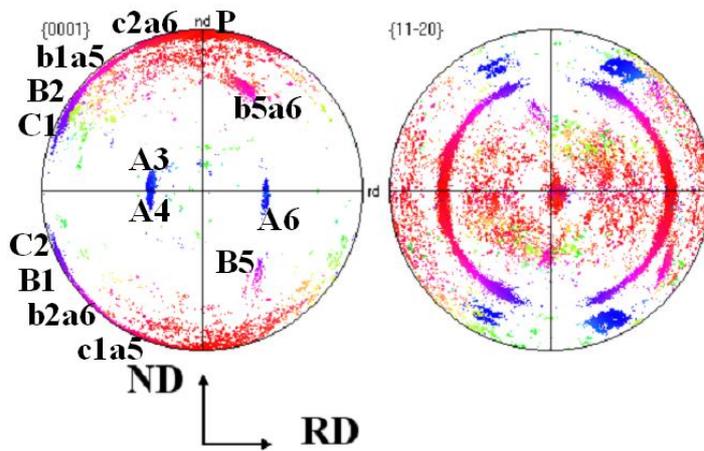


Figure 4.23 : courbes (0 0 0) à 350°C de 0.088, à 450°C de 0.083

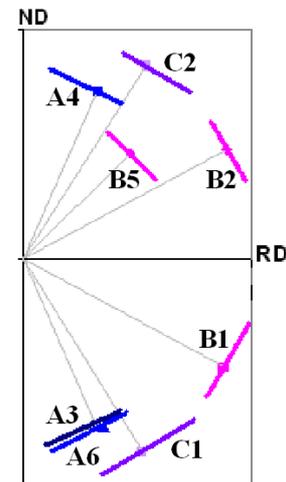
Nous présentons (figures 4.24 et tableau 4.7) le dépouillement total de la carte effectuée sur l'échantillon déformé à 150°C. Nous y observons une cohabitation des macles  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}3\}$  avec beaucoup de double maillage  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$  et  $\{10\bar{1}3\}\{10\bar{1}2\}$ . On voit également quelques petites macles  $\{10\bar{1}2\}$  (A3, A4 en bleu) qui ne sont pas prévues par le calcul pour cette orientation. Une tentative d'explication serait la création de contraintes internes importantes dans ce cristal.



(a) Carte de (0 0 0) déformé de 0.082 à 150°C



(b) Figure de pôles  
Figures 4.24



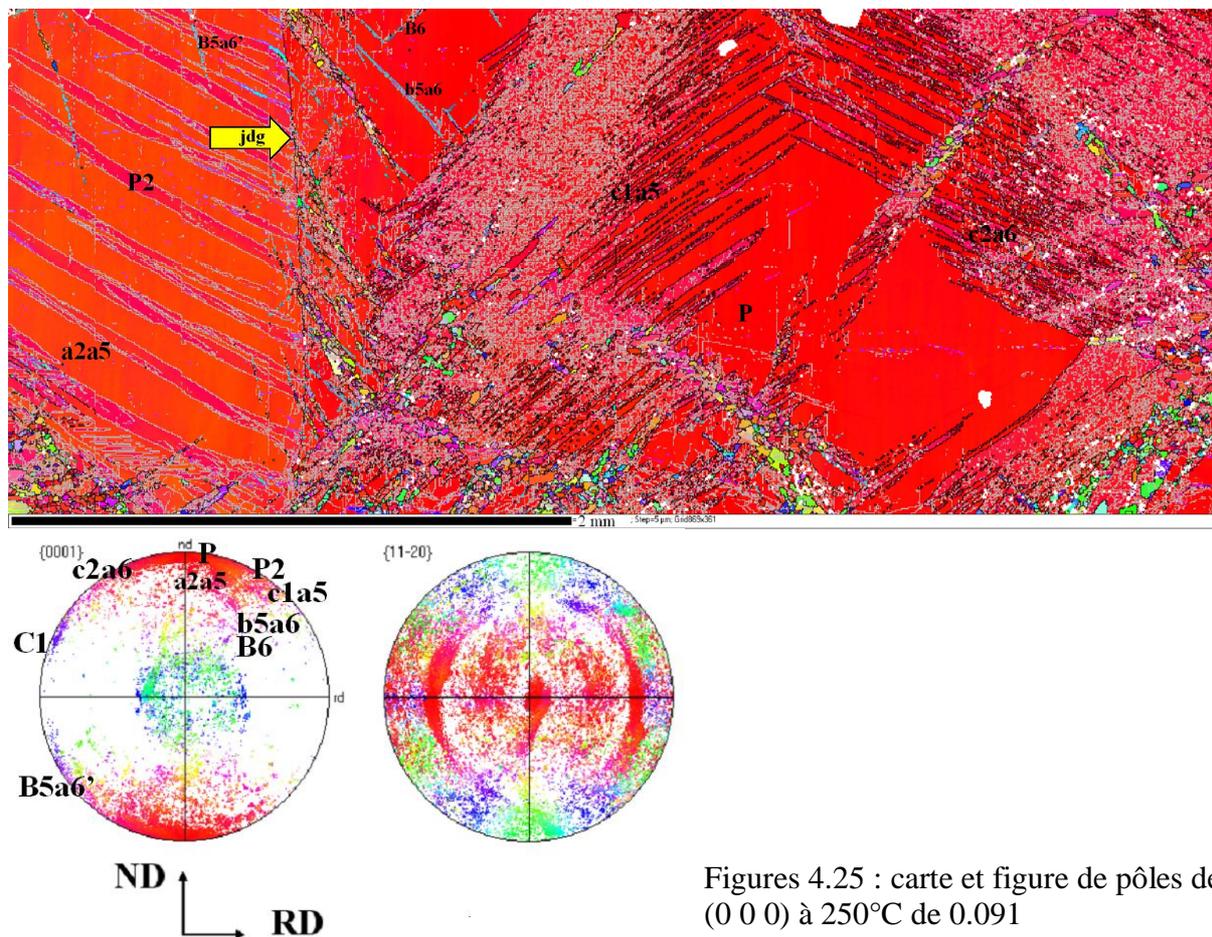
(c) Schéma des plans de macles

Les macles C1 et C2 identifiées à 150°C ont des orientations très proches de la prévision théorique, mais leur inclinaison est plus forte que prévue.

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P	45	2	17	Parent	45	1	17		
A3	153	93	33	A3	152	93	31	-0.31	0.73
A4				A4	152	86	31	0.33	0.73
A6	33	93	34	A6	32	95	30	-0.35	0.74
C1	96	116	31	C1	92	117	31	-0.52	0.85
C1a5	90	22	34	C1a5	90	23	32		
C1a5	95	22	29	C1a5					
B1				B1	91	57	31	-0.88	0.48
B1a5	95	141	33	B1a5	93	143	31		
C2	91	63	32	C2	92	65	31	0.54	0.84

B2a				B2a					
C2a6	98	166	35	C2a6	94	158	32		
B2				B2	92	124	31	0.89	0.48
B2a6	91	46	32	B2a6	91	38	31		
B5	33	125	29	B5	32	125	30	0.47	0.46
B5a6	32	36	32	B5a6	32	38	30		

Tableau 4.7: identification des macles pour les monocristaux (0 0 0) en compression plane bi-encastree



Figures 4.25 : carte et figure de pôles de (0 0 0) à 250°C de 0.091

Pour l'échantillon déformé à 250°C (figure 4.25 et tableau 4.8), nous avons observé un joint de grain vertical (à gauche de la carte, indiqué par la flèche jaune) qui peut gêner l'interprétation. Ce joint de grain a une désorientation d'environ 15°. Nous avons dépouillé les deux parties de cet échantillon. Sur la partie droite de la carte dont l'orientation parent est noté P, orientation proche de l'orientation théorique, nous observons surtout du double maillage c1a5 et c2a6. De plus on peut remarquer quelques pixels de parties violettes sur la carte, mais qui apparaissent bien sur les figures de pôles ; elles ont des orientations très proches des variantes C1 et C2, avec une inclinaison qui correspond à ce que la théorie prévoit. De fines macles B5 et B6, totalement re-maclées, sont observées avec la bonne

inclinaison, elles sont localisées proches du joint de grain. Comparé à ce qui a été observé à 150°C, il y a eu plus de maillage  $\{10\bar{1}3\}$  et très peu de maillage  $\{10\bar{1}1\}$ .

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P2	90	17	38	P2	90	17	38		
				A2	158	93	46	0.46	0.62
A2a5	62	17	3	A2a5	65	16	2		
				B5	100	141	34	0.97	0.19
B5a6'	90	55	38	B5a6'	96	54	33		
P	63	2	60	P	45	1	17		
C1a5	87	20	37	C1a5	90	23	32	-0.52	0.85
C2a6	96	160	32	C2a6	94	158	32	0.54	0.84
B5a6	40	38	23	B5a6	32	38	30	0.47	0.46
B6	33	54	32	B6	32	57	30	0.46	-0.49

Tableau 4.8 : identification des macles pour l'échantillon (0 0 0) déformé à 250°C

Le joint de grain est vertical et se trouve au milieu de la face observée, donc l'orientation P2 à gauche a aussi été étudiée pour voir dans quelle mesure elle influence l'interprétation des résultats. Dans cette partie la zone parent est en rouge et a presque entièrement laissé la place à des macles de type  $\{10\bar{1}2\}$  noté a2a5 qui apparaissent en orange.

partie	orientation	CRSS simulation	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ )
P (droite)	63 2 0	1 10 10 12 2 8 8	Basal n°2, prismatique n°4, macles C6, c6a1	17.44* $\tau_c$ basal
P2 (gauche)	90 17 38		Basal n°1 et 3	4.13* $\tau_c$ basal
théorique	45 1 17		Basal n°3, prismatique n°5, macles C1, c1a1	17.68* $\tau_c$ basal

Tableau 4.9 : résumé de simulations sur le cristal (0 0 0)

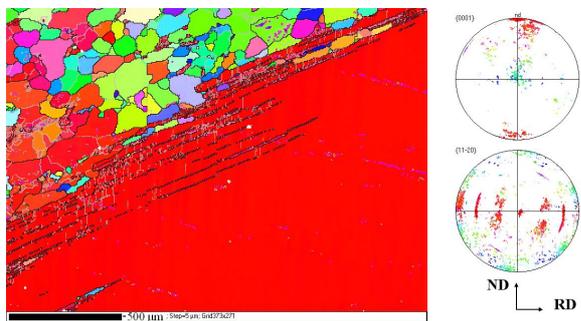


Figure 4.26 : carte et figure de pôles de (0 0 0) à 350°C de 0.088

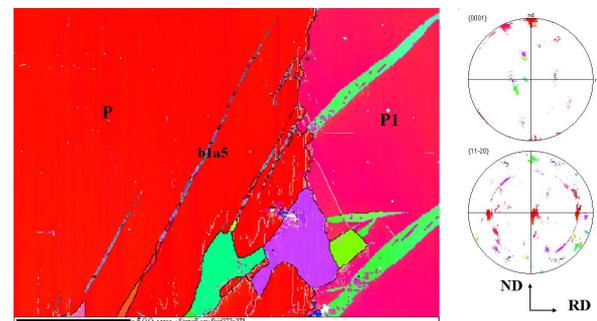
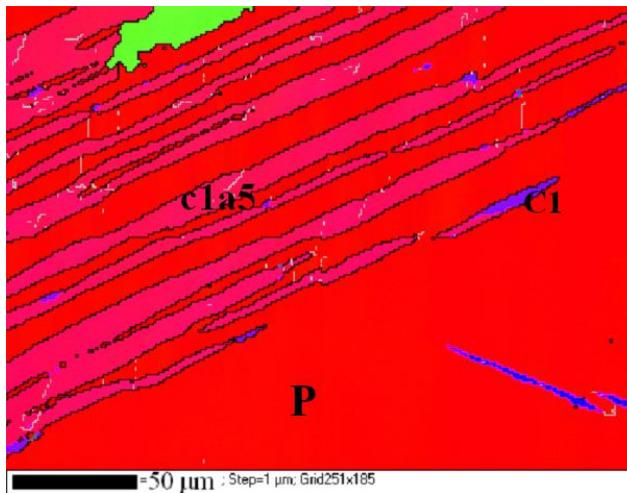


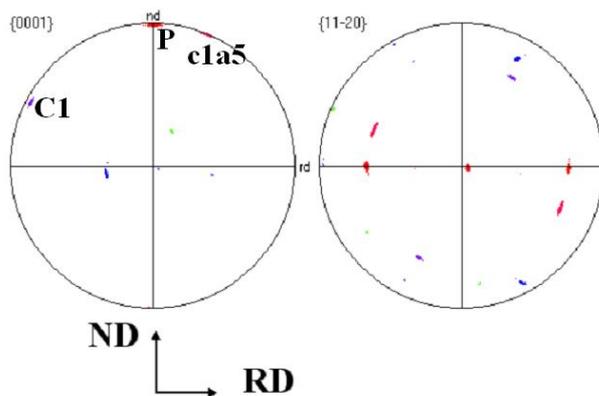
Figure 4.27 : carte et figure de pôles de (0 0 0) à 450°C de 0.083

Le cristal (0 0 0) déformé à 350°C (figure 4.26) a créé une bande de cisaillement macroscopique, où une grande partie de la déformation s'est concentrée menant à une recristallisation locale. Sous cette bande on distingue de petites macles que nous avons

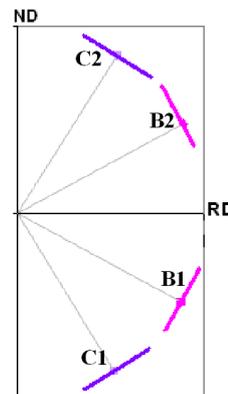
analysées en détail (figure 4.28), il s'agit de macles  $\{10\bar{1}3\}$  qui ont subi du double maillage  $\{10\bar{1}3\}\{10\bar{1}2\}$ .



(a) Carte de (0 0 0) déformé de 0.088 à 350°C



(b) Figure de pôles  
Figures 4.28



(c) Schéma des plans de maillage

Le fait qu'elles soient proches de la bande de cisaillement et qu'elles soient inclinées exactement comme la bande de cisaillement nous amène à conclure que toute la déformation s'est concentrée dans une double maillage  $\{10\bar{1}3\}\{10\bar{1}2\}$ .

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P	45	1	18	Parent	45	1	17		
C1	94	117	32	C1	92	117	31	-0.52	0.85
C1a5	90	22	34	C1a5	90	23	32		

Tableau 4.10 : identification des macles pour l'échantillon (0 0 0) déformé à 350°C

L'échantillon (0 0 0) déformé à 450°C a aussi un joint de grain (figure 4.27) situé à droite de la carte EBSD. Nous avons observé au microscope optique après attaque chimique l'ensemble de la surface, et nous avons vu que la partie à droite de la carte représente environ

20% de la surface observée de l'échantillon. Des simulations (Tableau 4.11) ont montré que ce grain a une orientation molle. Les macles qui apparaissent en vert dans le grain de droite sont des macles d'extension, avec la variante A4 qui est inclinée, et la variante A3 qui est horizontale. Le grain a une orientation très molle et tend à diminuer la contrainte appliquée (la CRSS calculée à partir de la contrainte expérimentale sera sous-estimée).

Partie (450°C)	orientation	CRSS simulation	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\varepsilon=1\%$ )	Orientation finale (10%)
P (gauche)	14 4 50	1 3 3 5 2 6 6	Basal n°1, 2, prismatique n°5, pyramidal I n°11, pyramidal II n°14, 17	12.33 * $\tau_c$ basal	46 8 20
P1 (droite)	99 155 32		Basal n°1, 3, pyramidal I n°9	3.08 * $\tau_c$ basal	99 158 32
théorique	45 1 17		Prismatique n°5, pyramidal II n°14, 17	12.64 * $\tau_c$ basal	54 2 9
P	14 4 50	1 3 3 5 2 5 6	Prismatique n°5, pyramidal II n°14, macles B1, b1a3	11.92 * $\tau_c$ basal	22 4 42

Tableau 4.11: résumé de simulations sur le cristal (0 0 0)

Dans la partie de gauche, qui a la bonne orientation, nous pouvons voir des macles de type  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ , les variantes B1 et b1a5 ont été identifiées.

## 5) Cristaux 30 0 0

En principe cette orientation (45 1 43) est idéale pour le glissement pyramidal II à toute température. Nous avons testé cette orientation à 250-450°C pour essayer de confirmer ce glissement (figures 4.29 et 4.30).

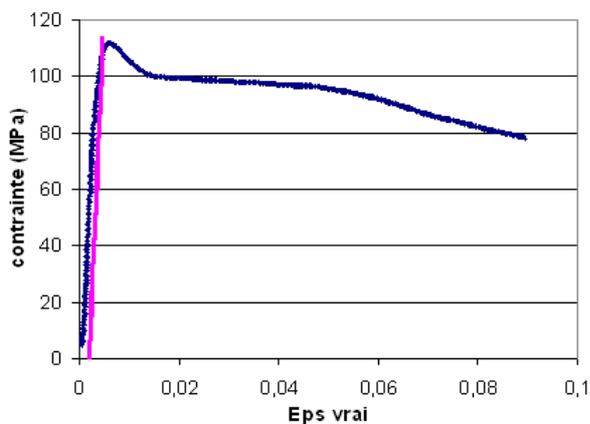


Figure 4.29 : courbes (30 0 0) à 250°C de 0.083

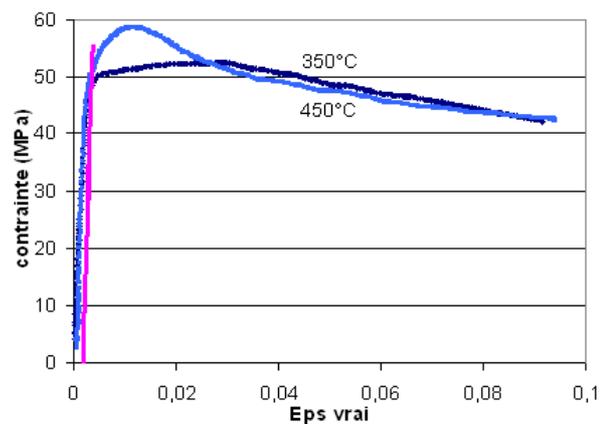
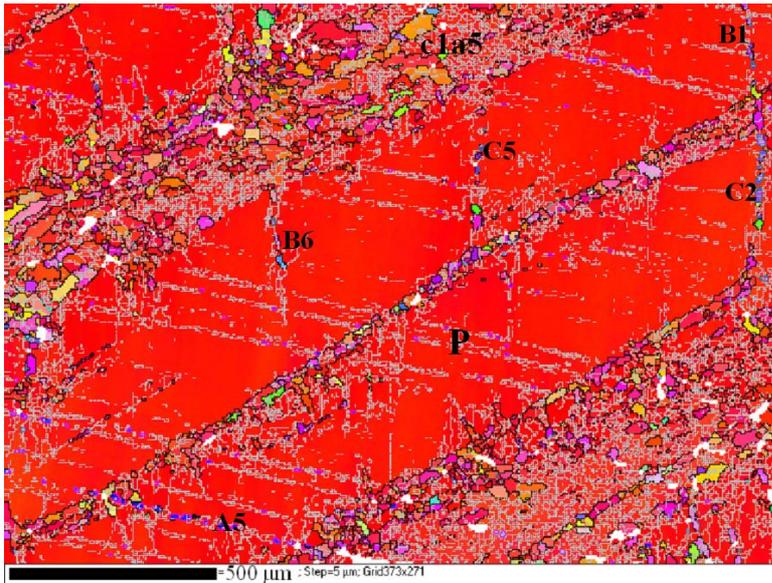
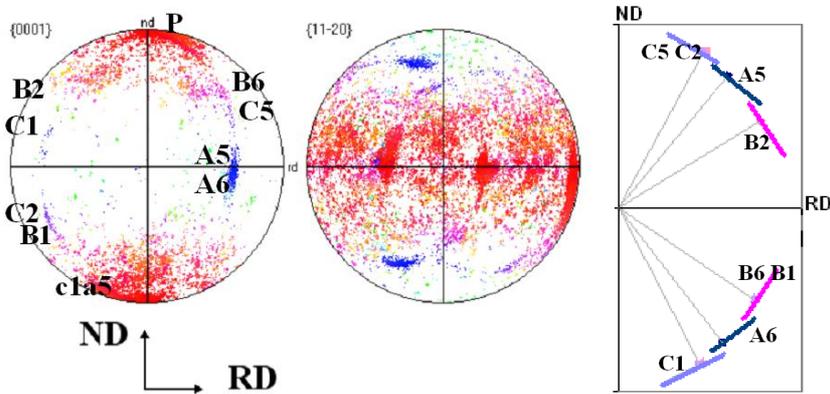


Figure 4.30 : courbes (30 0 0) à 350°C de 0.088, à 450°C de 0.094



(a) Carte de (30 0 0) déformé de 0.083 à 250°C



(b) Figure de pôles  
Figures 4.31

(c) Schéma des plans de macles

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P	72	6	12	Parent	45	1	43		
A5	51	94	26	A5	58	87	30	0.59	0.72
A6				A6	58	95	30	-0.57	0.74
C5	53	59	28	C5	58	65	30	0.46	0.84
B6	58	53	26	B6	58	57	30	-0.74	0.49
C2	108	56	39	C2	117	64	31	0.48	0.85
B1	111	58	34	B1	117	56	31	-0.77	0.47
C1	118	123	36	C1	118	116	31	-0.46	0.85
B2				B2	119	124	31	0.78	0.47
C1a5	98	14	48	C1a5	115	22	32		

Tableau 4.12 : identification des macles pour l'échantillon (30 0 0) déformé à 250°C

Toutefois nous avons observé (figure 4.31) qu'à 250°C le cristal s'est déformé par maclage, et bien que les parties les plus déformées aient partiellement recristallisé, on peut déterminer certains systèmes de maclage (tableau 4.12). Les macles où s'est localisée la déformation ont

été identifiées comme étant des macles c1a5, c'est à dire du double maclage de type  $\{10\bar{1}3\}\{10\bar{1}2\}$ .

Avec le monocristal déformé à 250°C, nous pourrions donc évaluer par la simulation et la contrainte expérimentale (figure 4.29) la CRSS pour le maclage  $\{10\bar{1}3\}$ . Nous en déduisons aussi que la CRSS du maclage  $\{10\bar{1}3\}$  est plus faible que la CRSS du glissement pyramidal II.

Les cristaux déformés à 350 et 450°C (figure 4.30) avaient des sous-joints de grains (figures 4.32 et 4.33), ce qui explique que la contrainte de déformation soit plus faible à 350 qu'à 450°C. En dépit de la présence de sous-joints nous avons essayé d'estimer les CRSS du glissement pyramidal II, car ce sont les seuls échantillons déformés à haute température où nous pouvions espérer voir du glissement pyramidal II.

Nous allons étudier les différentes orientations observées, et avec les simulations sur le programme nous estimerons à quel point les données sont faussées par ces sous-grains.

L'échantillon (30 0 0) déformé à 350 °C (figure 4.32) a un sous-joint de grain de désorientation inférieure à 15°. Sur sa carte EBSD nous avons observé dans le grain de droite nommé P1 quelques petites macles de compression  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ , entre autre la variante B6 et b6a5 ; nous avons aussi observé quelques macles  $\{10\bar{1}3\}\{10\bar{1}2\}$ . Mais aucune de ces macles n'ont pu permettre la déformation, et c'est face à l'absence de grande zone maclée et à la désorientation des parties monocristallines sur les bords et les sous joints de grain par rapport au cœur, que nous concluons que le cristal s'est déformé par glissement pyramidal II.

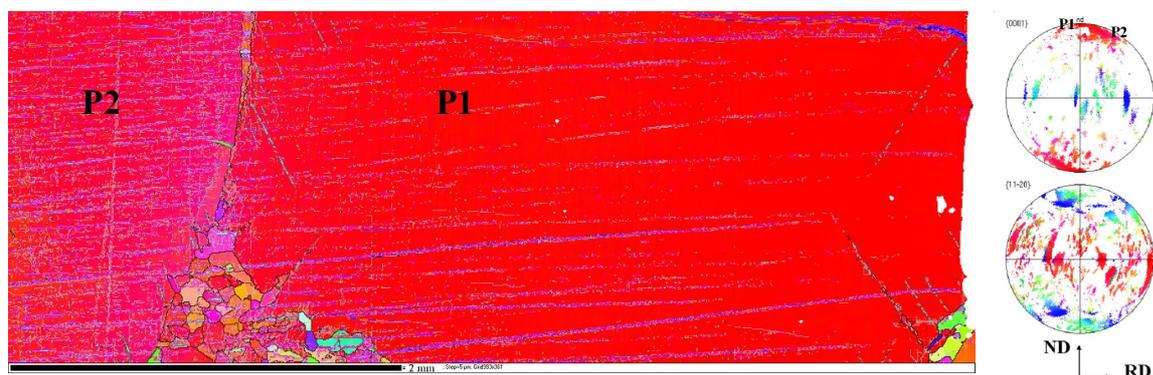


Figure 4.32 : carte et figure de pôles de (30 0 0) à 350°C de 0.088

Nous avons évalué (tableau 4.13) l'influence des deux sous-grains observés dans l'échantillon, et d'après les simulations celui de gauche a une orientation vraiment plus molle,

ce qui explique sûrement que le cristal soit plus mou que prévu ; toutefois avec les CRSS que nous avons évaluées il y a du glissement pyramidal II dans les deux sous-grains.

partie	orientation	CRSS simulation	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ ) * $\tau_c$ basal	Orientation finale (10%)
P2 (gauche)	65 14 32	1 4 4 6 2 6 6	Basal n°1, 3, pyramidal II n°12	5.1 * $\tau_c$ basal	65 13 32
P1 (droite)	90 3 55	1 4 4 6 2 6 6	Basal n°1, 3, pyramidal I n°10, pyramidal II n°13	12.8 * $\tau_c$ basal	87 6 58
théorique	45 1 43	1 4 4 6 2 6 6	Basal n°1, 2, pyramidal I n°11, pyramidal II n°14	13.1 * $\tau_c$ basal	82 6 6

Tableau 4.13 : résumé de simulations sur l'échantillon (30 0 0) déformé à 350°C

L'échantillon (30 0 0) déformé à 450°C avait trois sous-grains (figure 4.33), avec des sous joints verticaux sur la face TD observée, et le sous-grain de droite noté P1 est très fin (moins d'un mm de large) ; l'autre sous joint passe au centre de l'échantillon.

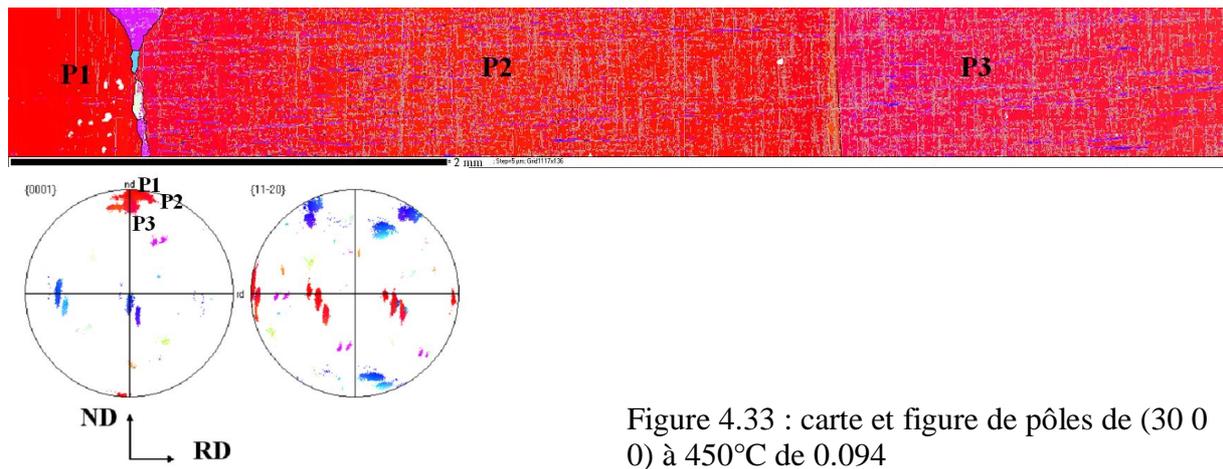


Figure 4.33 : carte et figure de pôles de (30 0) à 450°C de 0.094

partie	orientation	CRSS simulation	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ ) * $\tau_c$ basal	Orientation finale (10%)
P1 (gauche)	45 1 38	1 2 2 6 2 7 7	Basal n°1, 2, pyramidal I n°11, pyramidal II n°14	13.2 * $\tau_c$ basal	77 6 6
P2	40 8 51	1 2 2 6 2 7 7	Basal n°1, 3, pyramidal I n°12	11.5 * $\tau_c$ basal	40 7 51
P3 (droite)	6 18 31	1 2 2 6 2 7 7	Basal n°1, 2, pyramidal I n°7, pyramidal II n°15	12.6 * $\tau_c$ basal	18 17 20
théorique	45 1 43	1 2 2 6 2 7 7	Basal n°1, 2, pyramidal I n°11, pyramidal II n°14, 15	13.1 * $\tau_c$ basal	72 6 51

Tableau 4.14 : résumé de simulations sur l'échantillon (30 0 0) déformé à 450°C

Nous avons évalué (tableau 4.14) l'influence des trois sous-grains observés dans l'échantillon, et d'après les simulations les trois sous-grains sont presque aussi durs que l'orientation théorique.

Si il y a un effet durcissant par les joints de grains, nous pouvons considérer que la CRSS calculée à partir de la contrainte mesurée sera surestimée.

## 6) Cristaux 90 6 30

La simulation (tableau 4.15) avec cette orientation (72 6 46) prévoit soit du glissement basal, soit du maclage de compression, soit du glissement pyramidal II, selon les CRSS. Nous observons surtout les effets du glissement basal avec parfois quelques macles. L'activation importante du glissement basal entraîne un cisaillement  $\epsilon_{xz}$  exceptionnel, par exemple d'après les simulations pour une déformation de 0,1  $\epsilon_{xz}$  vaut 0,58. De plus les simulations montrent que lorsque seul le glissement basal est actif (systèmes actifs = 1 et 3), une petite désorientation du 2<sup>ième</sup> angle d'Euler  $\Phi$  ( $6^\circ$  en théorie) sur l'orientation initiale à une grande influence sur la contrainte verticale  $\sigma_{zz}$ .

Orientation	CRSS	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ )
72 6 46	1 4 4 6 2 6 6	Basal n°1, 3, pyramidal I n°12	11.8 * $\tau_c$ basal
	1 6 6 8 2 8 8	Basal n°1, 3	11.8 * $\tau_c$ basal
	1 4 4 6 2 6 4	Basal n°3, pyramidal I n°12, macles C5, c5a4	8.3 * $\tau_c$ basal
72 4 46	1 4 4 6 2 6 6	Basal n°3, pyramidal I n°12, macles C5, c5a4	12.7 * $\tau_c$ basal
	1 6 6 8 2 8 8	Basal n°3, macles C5 c5a4	16.9 * $\tau_c$ basal
72 8 46	1 6 6 8 2 8 8	Basal n°1, 3	8.9 * $\tau_c$ basal

Tableau 4.15 : résumé de simulations sur les cristaux (90 6 30)

La plupart des échantillons d'orientation initiale (90 6 30) ont un très fort cisaillement  $\epsilon_{xz}$ , ce qui a entraîné une rotation de l'échantillon dans son ensemble (une instabilité plastique due au flambage). Une conséquence pratique est que la face ND devient très arrondie (figures 4.34 et 4.35), et il est donc très difficile dans la platine du MEB d'aligner cette face, ce qui entraîne une forte imprécision sur l'évaluation de  $\Phi$  et de l'orientation observée.

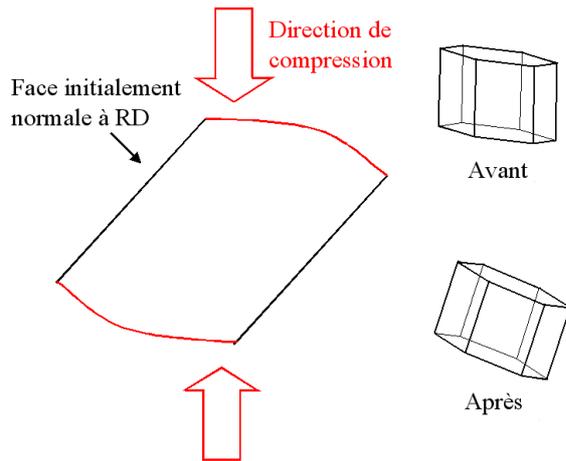


Figure 4.34 : schéma du cisaillement

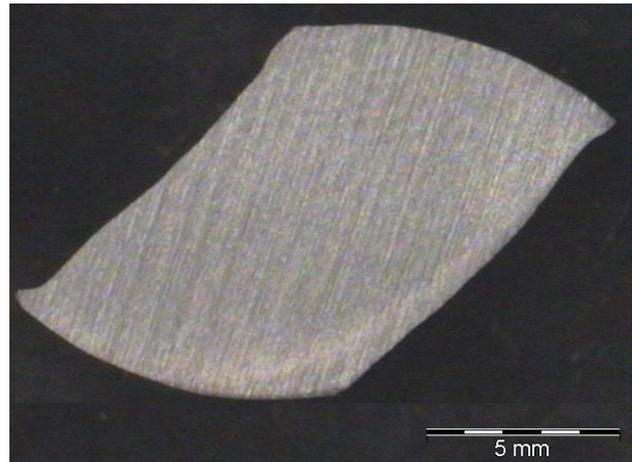


Figure 4.35 : photo optique de (90 6 30) déformé à 250°C de 0.067

Le cisaillement et la rotation de l'échantillon expliquent que les courbes contrainte-déformation (figures 4.36 et 4.37) soient autant décroissantes, et avec en fin de déformation des contraintes sous-estimées car la section calculée est nettement plus importante que la surface de contact réelle.

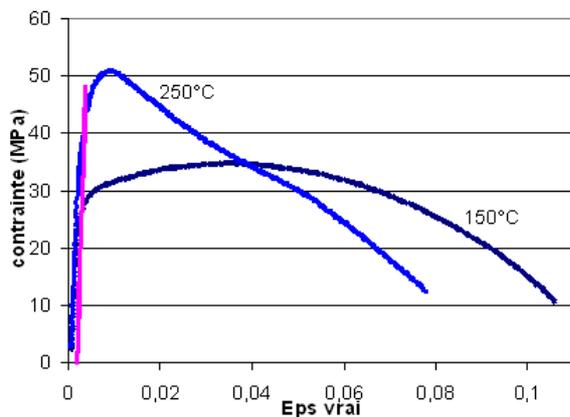


Figure 4.36 : courbes (90 6 30) à 150°C de 0.105, à 250°C de 0.067

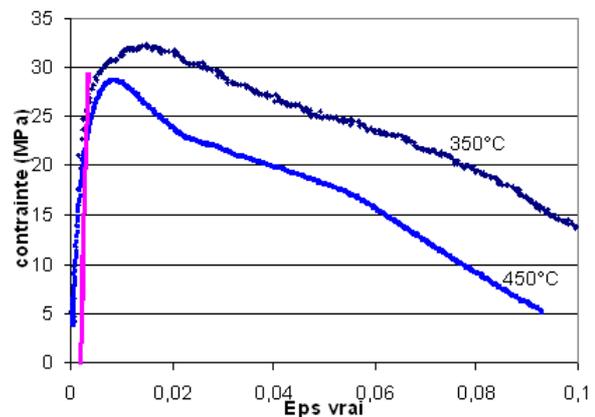
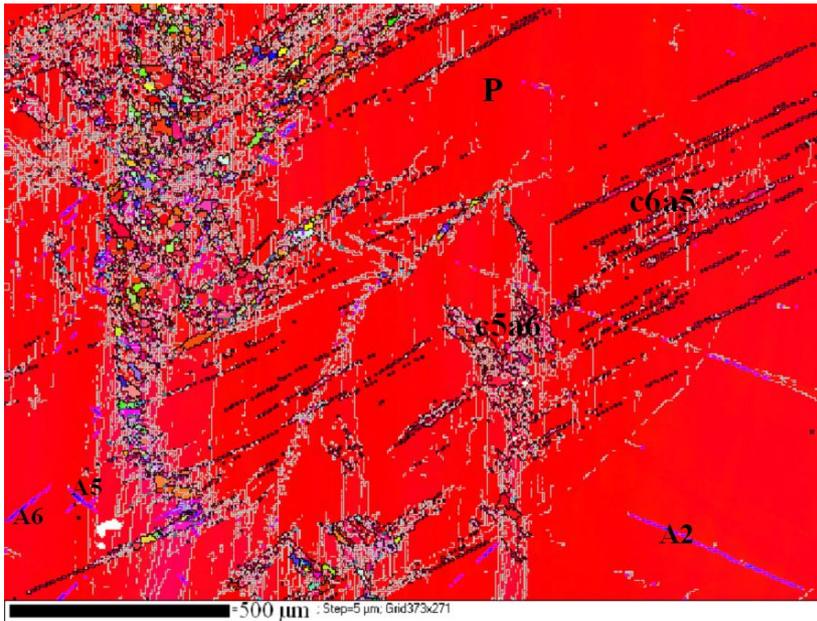
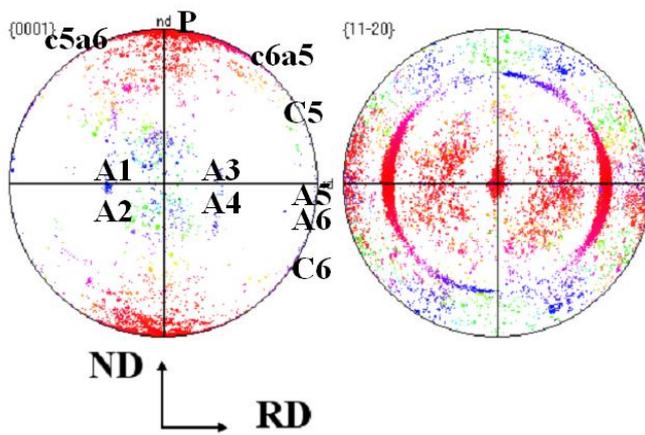


Figure 4.37 : courbes (90 6 30) à 350°C de 0.15, à 450°C de 0.090

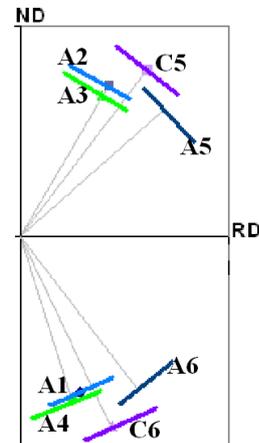
Nous avons analysé (figures 4.38 et tableau 4.16) la carte EBSD faite sur l'échantillon déformé à 250°C ; on y voit, contrairement aux autres cartes, de nombreuses macles de compression de type  $\{10\bar{1}3\}\{10\bar{1}2\}$  ; mais cet échantillon est lui aussi très cisailé, donc le glissement basal a prédominé lors de la déformation.



(a) Carte de (90 6 30) déformé de 0.067 à 250°C



(b) Figure de pôles  
Figures 4.38



(c) Schéma des plans de macles

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P	90	2	30	Parent	72	6	46		
				A1	149	95	36	-0.29	0.74
	150	87	35	A2	148	88	36	0.43	0.71
				A3	28	91	26	0.39	0.67
				A4	28	98	26	-0.25	0.78
	89	98	29	A5	88	92	32	0.75	0.66
	89	99	29	A6	88	99	32	-0.61	0.79
C6	90	124	30	C6	89	122	32	-0.44	0.90
C6a5	92	24	30	C6a5	85	28	33		
C5	90	35	29	C5	87	70	32	0.61	0.79
C5a6	86	165	28	C5a6	93	163	36		

Tableau 4.16 : identification des macles pour l'échantillon (90 6 30) déformé à 250°C

Sur l'échantillon déformé à 250°C, comme sur la plupart des autres échantillons (figures 4.39 à 4.32), nous observons surtout des macles de traction  $\{10\bar{1}2\}$  qui sont apparues soit en fin de compression lorsque les échantillons avaient tourné, soit lors du déchargement. Ces macles participent très peu à la déformation car elles sont trop petites et le cisaillement macroscopique prouve que les cristaux se sont déformés par glissement basal. Il y a une grande imprécision dans les mesures de déformation et sur l'orientation des cartes EBSD et des figures de pôles associées. Par contre il y a un étalement de l'orientation parent, visible sur toutes les figures de pôles  $\{0001\}$ , qui prouve qu'il y a eu rotation de la maille sous l'effet de glissement basal.

Il est raisonnable de penser que l'échantillon (90 6 30) déformé à 150°C avait une orientation légèrement différente, avec  $\Phi$  plus grand que pour l'échantillon déformé à 250°C, ce qui expliquerait qu'il soit plus mou.

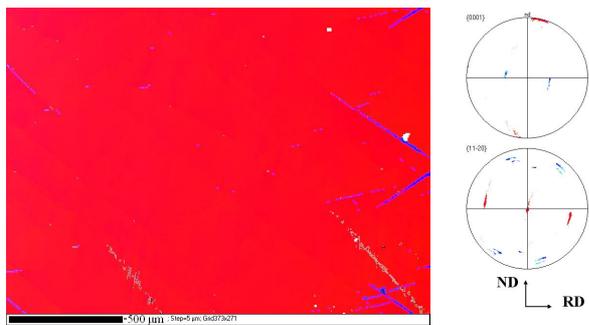


Figure 4.39 : carte et figure de pôles de (90 6 30) à 150°C de 0.105

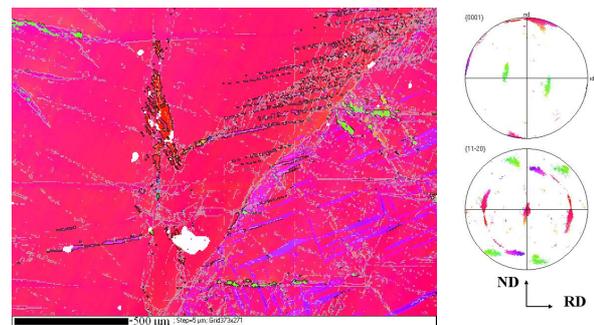


Figure 4.40 : carte et figure de pôles de (90 6 30) à 250°C de 0.067

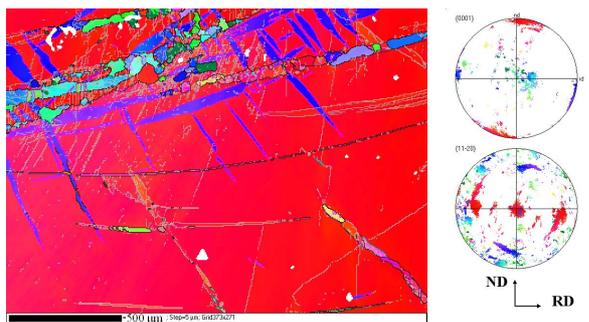


Figure 4.41 : carte et figure de pôles de (90 6 30) à 350°C de 0.15

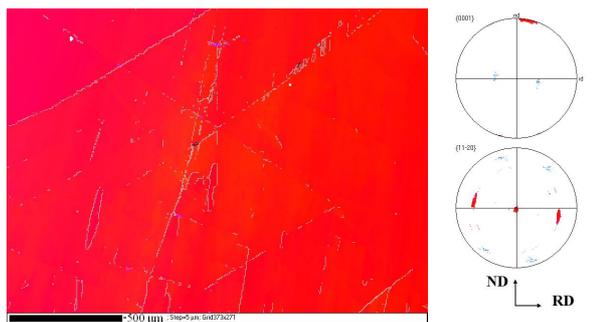


Figure 4.42 : carte et figure de pôles de (90 6 30) à 450°C de 0.090

Du fait des problèmes expérimentaux de ces cristaux (orientation  $\Phi$ , contraintes et déformations hétérogènes), nous n'accorderons pas une grande crédibilité à l'évaluation des CRSS à partir de ces échantillons.

## 7) Cristaux 15 90 0

Ces cristaux d'orientation initiale théorique (15 88 4) ont été déformés à 250 et 350°C. Les courbes de compression (figure 4.43) présentent une petite anomalie en début de déformation car les contraintes d'écoulement à 250° sont légèrement plus faibles qu'à 350°C ; anomalie que nous attribuons à une différence d'orientation initiale.

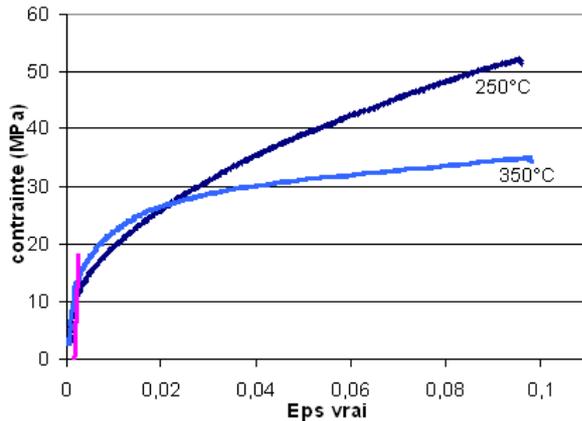


Figure 4.43: courbes (15 90 0) à 250°C de 0.106 , à 350°C de 0.099

Nous résumons (tableau 4.17) les résultats de simulations sur ces échantillons, ainsi que des contraintes à 1% mesurées expérimentalement. L'orientation finale a été mesurée d'après les cartes EBSD. Les simulations prévoient une contribution à la déformation du glissement basal (en plus du maillage de traction) aux deux températures. Nos deux échantillons ont un cisaillement  $\varepsilon_{xy}$  observable, lequel est aussi prévu par les simulations. Nous attribuons l'anomalie des contraintes initiales à une différence d'orientation qui, pour le cristal déformé à 250°C, facilite plus le maillage de traction que le glissement basal. De plus la coexistence de maillage et de glissement explique qu'il n'y ait pas le palier typique des échantillons se déformant uniquement par maillage.

cristal	Orientation finale	CRSS simulation	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\varepsilon=1\%$ )	Contrainte à 1% (MPa)
(15 88 4) 250°C	58 85 54	1 6 6 8 2 8 8	Basal n°1, macles A3, A6	5.6 * $\tau_c$ basal	21
(15 88 4) 350°C	21 88 1	1 6 6 8 2 8 8	Basal n°2, 3, macle A5	8.8 * $\tau_c$ basal	24
(15 88 4) théorique	15 88 4	1 6 6 8 2 8 8	Basal n°2, 3, macle A5	10.0 * $\tau_c$ basal	

Tableau 4.17: résumé de simulations sur le cristal (15 88 4) ; l'orientation finale est celle utilisée dans la simulation

On constate sur les cartes EBSD (figures 4.44 et 4.45) une forte quantité de macles de traction, et l'échantillon déformé à 250°C est entièrement maclé. L'orientation parent (vert clair) a presque disparu après 10% de compression à 250°C, bien qu'il en reste une grosse moitié à 350°C. C'est sur les figures de pôles que l'on voit que les deux cristaux déformés ont des orientations différentes (parties parent vert claire tournées autour de ND), et cela sans doute initialement.

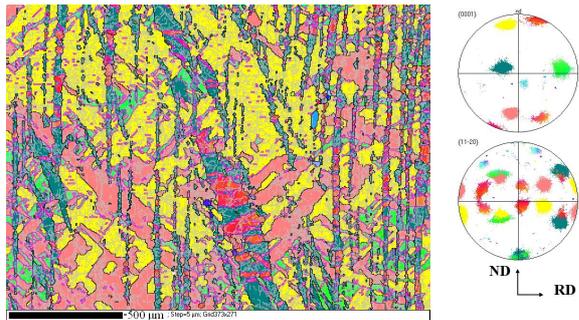


Figure 4.44: carte et figure de pôles de (15 90 0) à 250°C de 0.106

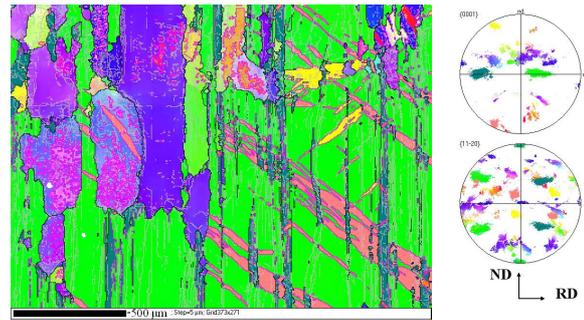


Figure 4.45: carte et figure de pôles de (15 90 0) à 350°C de 0.099

Nous pouvons simplifier l'analyse des variantes des macles en les désignant par leur couleur. Comme nous avons des macles de type  $\{10\bar{1}2\}$ , les variantes vont par paires, désorientées de seulement 8 degrés, si bien que l'on observe 3 couleurs. Le rose correspond aux variantes A3 et A4, le vert foncé aux variantes A1 et A2, et le jaune aux variantes A5 et A6.

Sur la face (normale à TD) observée du cristal (15 88 4) déformé à 250°C, une observation optique après attaque chimique n'a pas révélé la présence de joints de grains.

## 8) Cristaux 75 90 0

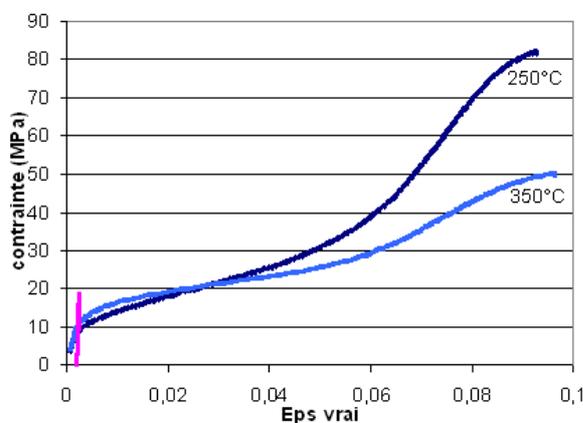


Figure 4.46 : courbes (75 90 0) à 250°C de 0.096, à 350°C de 0.101

Ces cristaux avaient comme orientation initiale théorique (75 88 56). Déformés à 250 et 350°C (figure 4.46), les courbes de compression montrent le palier typique du maillage

$\{10\bar{1}2\}$  entre 0 et 6% de déformation. Les simulations (tableau 4.18) confirment la prédominance du maillage. L'échantillon déformé à 250°C, dont l'orientation finale de la partie parent est presque l'orientation initiale, est entièrement maillé (figure 4.47). Bien que les orientations observées après déformation soient proches de l'orientation initiale théorique, les différences observées montrent qu'il y a aussi eu du glissement basal dans l'échantillon déformé à 350°C et moins de maillage, ce qui explique qu'il y ait sur sa carte EBSD (figure 4.48) encore beaucoup de partie parent (en vert clair)

crystal	Orientation finale P	CRSS simulation	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ )	Contrainte à 1% (MPa)
(75 88 56) 250°C	69 83 3	1 6 6 8 2 8 8	A1 A6	5.5 * $\tau_c$ basal	16
(75 88 56) 350°C	64 76 5	1 6 6 8 2 8 8	1 2 A6	4.8 * $\tau_c$ basal	17
75 88 56 théorique	75 88 56	1 6 6 8 2 8 8	A4 A6	5.3 * $\tau_c$ basal	

Tableau 4.18 : résumé de simulations sur le cristal (75 90 0)

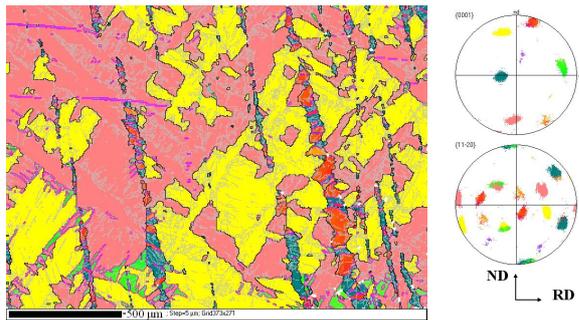


Figure 4.47 : carte et figure de pôles de (75 90 0) à 250°C de 0.096

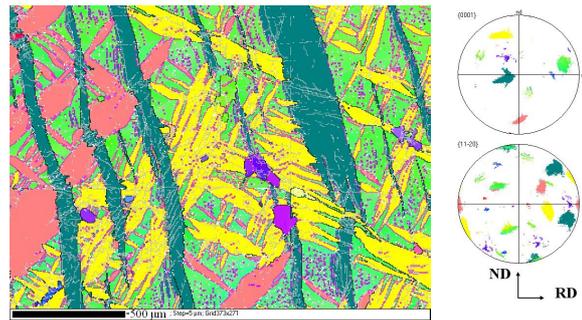


Figure 4.48 : carte et figure de pôles de (75 90 0) à 350°C de 0.101

## 8) Cristaux 0 15 30

Nous avons regroupé sous cette dénomination des cristaux d'orientation légèrement différente mais qui se déforment à peu près de la même façon, notamment par glissement, pratiquement sans maillage. En fait les deux cristaux déformés à 150 et 250°C (figure 4.49) possèdent l'orientation (8 15 21) mais les deux échantillons déformés à 350°C (figure 4.50) ont d'autres orientations voisines. Nous appelons ces derniers par les orientations de la partie parent, mesurées par EBSD, et qui sont (6 10 16) et (27 4 56).

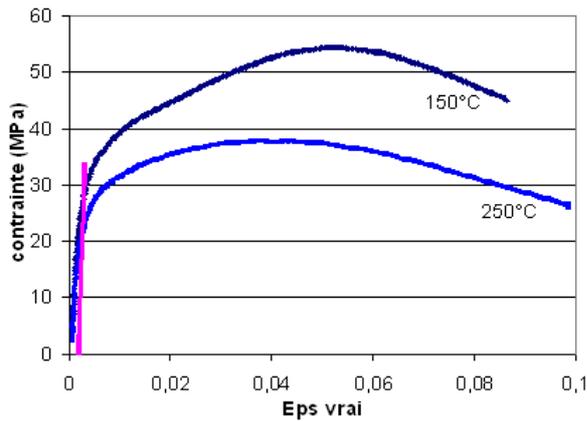


Figure 4.49 : courbes (8 15 21) à 150°C de 0.093 , à 250°C de 0.102

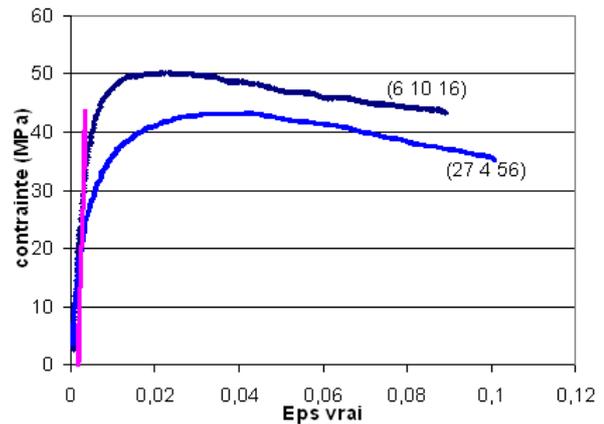


Figure 4.50 : courbes des échantillons (6 10 16) à 350°C de 0.114, et (27 4 56) à 350°C de 0.147

Les deux cristaux déformés à 150 et 250°C ont un fort cisaillement  $\varepsilon_{xz}$  ainsi qu'un léger cisaillement  $\varepsilon_{xy}$ ; cisaillements prévus par les simulations (tableau 4.19) en raison d'une contribution importante du glissement basal.

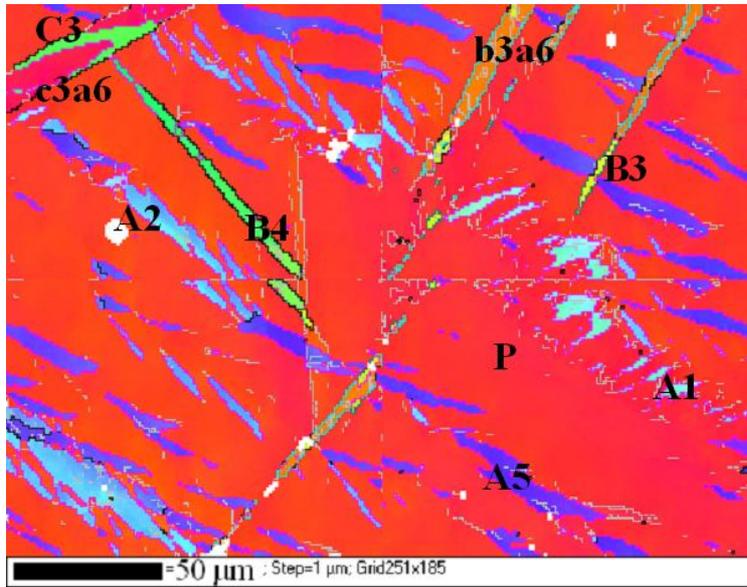
Orientation	CRSS	$\sigma_{zz}$ ( $\varepsilon=1\%$ )	$\varepsilon_{xz}$ ( $\varepsilon=1\%$ )	Systèmes actifs	Système majoritaire
8 15 21	1 20 20 20 2 10 10	28.4 * $\tau_c$ basal	0.27	Basal n°2, 3, maclage A5	basal
	1 20 20 20 2 9 10	28.3 * $\tau_c$ basal	0.24	Basal n°2, macles A6, B3, b3a3	basal
	1 20 20 20 2 9 9	27.2 * $\tau_c$ basal	0.01	Basal n°1, macles A6, C4, c4a6	{10-13}
	1 16 16 16 2 7 8	23.1 * $\tau_c$ basal	0.01	Basal n°1, macles A6, B3, b3a3	{10-11}
	1 16 16 16 2 8 8	24.4 * $\tau_c$ basal	0.01	Basal n°1, macles A6, C4, c4a6	{10-13}

Tableau 4.19 : résumé de simulations sur les cristaux (0 15 30) déformés à 150 et 250°C

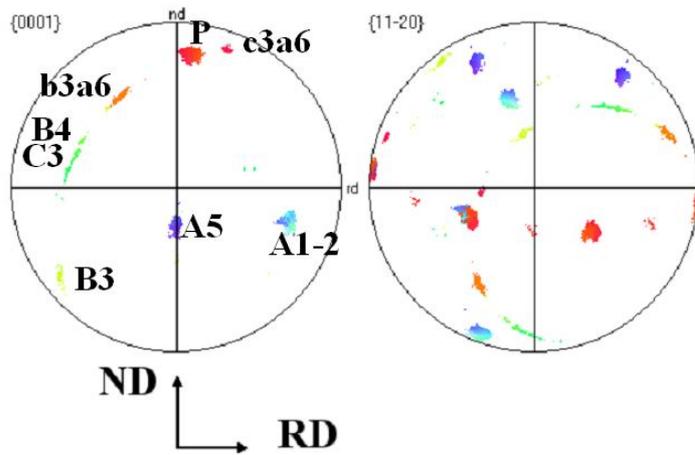
Pour comprendre et décrire la déformation des échantillons (8 15 21) déformés à 150 et 250°C, nous résumons (tableau 4.19) quelques simulations qui nous permettent d'anticiper sur l'évaluation des CRSS à partir des contraintes expérimentales.  $\sigma_{zz}$  représente la contrainte selon Z calculée par le programme à la seconde itération, et  $\varepsilon_{xz}$  le cisaillement selon X dans le plan normal à Z.

De ces simulations, nous remarquons qu'avec des CRSS qui empêchent l'activation des glissements secondaires (correspondantes à de faibles températures), le cristal peut se déformer par les systèmes de glissement basal 2, 3, et maclage A5, sans avoir recours au maclage  $\{10\bar{1}1\}$ ; c'est effectivement ce que l'on observe sur la carte EBSD à 150°C (figure

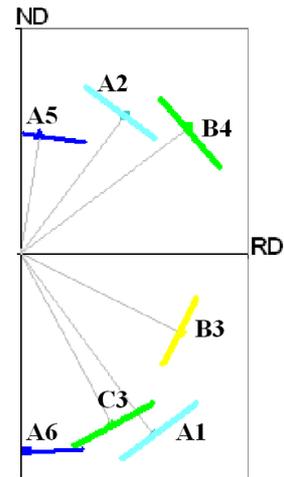
4.52) puisque les macles sont présentes mais pas assez longues pour avoir joué un rôle important dans la déformation.



(a) Carte de (0 15 30) déformé de 0.093 à 150°C



(b) Figure de pôles  
Figures 4.51



(c) Schéma des plans de macle

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P	18	22	13	Parent	8	15	27		
A5	0	108	25	A5	5	101	29	0.08	0.53
A1	59	104	46	A1	67	102	43	-0.59	0.80
A2	59	104	46	A2	65	94	43	0.46	0.61
B3	104	53	58	B3	115	50	47	-0.71	0.35
B3a6	144	135	1	B3a6	143	141	51		
B4	126	101	51	B4	132	116	45	0.74	0.56
C3	127	104	53	C3	130	108	44	-0.40	0.76
C3a6	56	24	39	C3a6	97	26	1		

Tableau 4.20 : identification des macles pour l'échantillon (8 15 27) déformé à 150°C

Le dépouillement d'une des cartes effectué sur l'échantillon (0 15 30) déformé à 150°C (figures 4.51 et tableau 4.20) montre la coexistence de macles de compression et de macles de traction. Ce sont les macles  $\{10\bar{1}1\}$ , parfois avec double maclage  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ , qui sont les plus nombreuses.

Par contre dans l'échantillon déformé à 250°C (figure 4.53) les macles de compression, reconnaissables surtout par la figure de pôles, ont partiellement recristallisées indiquant une participation à la déformation.

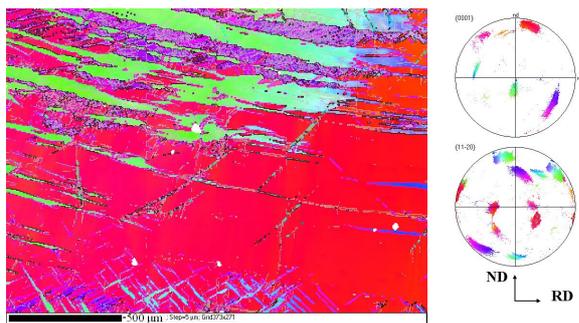


Figure 4.52 : carte et figure de pôles de (0 15 30) à 150°C de 0.093

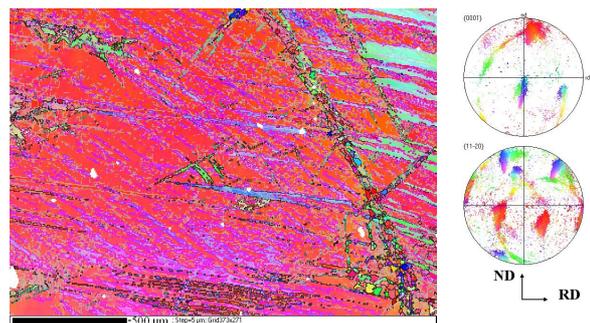


Figure 4.53 : carte et figure de pôles de (0 15 30) à 250°C de 0.102

Pour tous ces échantillons, mais plus spécialement pour ceux déformés à 350°C, la déformation mesurée pendant l'essai de channel-die est inférieure à la déformation finale mesurée à la fin de l'essai, la raison en est très simple : il y a eu du fluage durant le préchargement et la mise en température.

Les cristaux déformés à 350°C ont eu un comportement mécanique plus dur que les deux précédents. L'observation par EBSD (figures 4.54 et 4.55) montre que l'échantillon (6 10 16) n'a quasiment pas de macles de compression, même si on a pu observer une petite macle  $\{10\bar{1}3\}$ , et quelques macles de traction en bleu. L'échantillon (27 4 56) est partiellement recristallisé, et une observation optique après attaque chimique montre que près de la moitié de la surface observée est recristallisée.

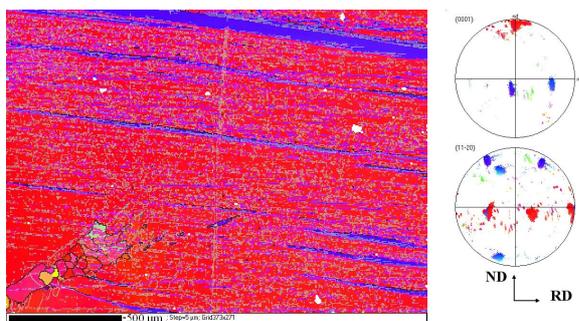


Figure 4.54 : carte et figure de pôles de (6 10 16) à 350°C de 0.114

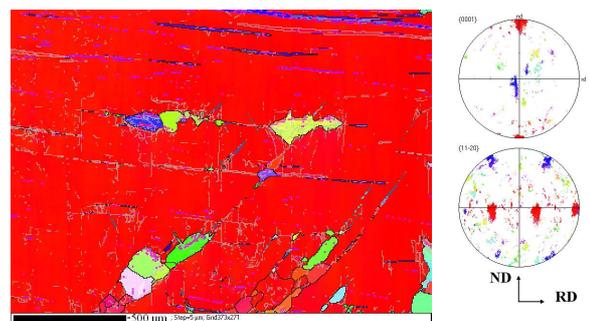


Figure 4.55 : carte et figure de pôles de (27 4 56) à 350°C de 0.147

Sur les parties non recristallisées, nous avons observé et identifié des macles  $\{10\bar{1}1\}$  et quelques macles  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$ .

Bien que les cristaux (6 10 16) et (27 4 56) aient des orientations très proches, la plupart des simulations menées avec des CRSS raisonnables pour 350°C activent le glissement pyramidal II. Nous avons mené des simulations (tableau 4.21) pour voir l'effet des systèmes de glissement sur la rotation du cristal (en affectant la valeur 3 à la CRSS du système privilégié). Quelque soit le système de glissement secondaire qui est privilégié, le cristal nécessite du glissement basal et du glissement pyramidal pour se déformer, ce qui entraîne une rotation de la maille tel que  $\phi_1$  augmente, c'est à dire que l'axe  $\bar{c}$  s'éloigne du plan TD-ND. Or sur les figures de pôles de ces deux cristaux on voit que l'axe  $\bar{c}$  de la partie parent reste majoritairement dans le plan TD-ND. De plus seul l'échantillon (27 4 56) a un cisaillement  $\varepsilon_{xz}$ .

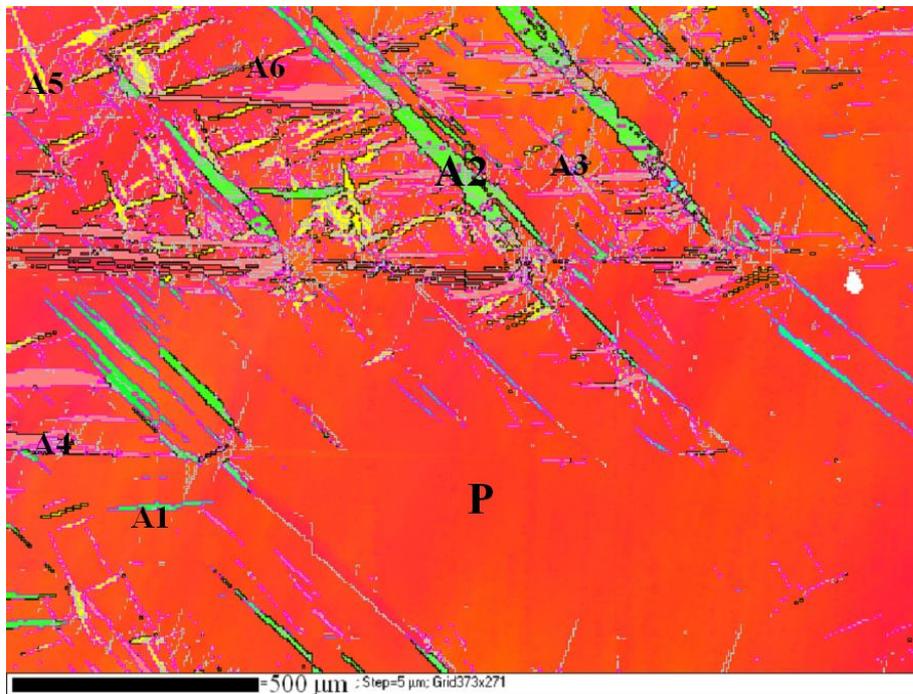
Orientation initiale	CRSS	$\sigma_{zz}$ ( $\varepsilon=10\%$ ) * $\tau_c$ basal	$\varepsilon_{13}$ (à 10%)	Systèmes actifs	Orientation finale
8 15 15	1 3 6 6 2 6 6	11.3 * $\tau_c$ basal	0.32	Basal n°2, 3, prismatique 6, pyramidal II 15	20 15 3
	1 6 3 6 2 6 6	11.5 * $\tau_c$ basal	0.33	Basal n°2, 3, pyramidal I 12, pyramidal II 15	20 15 3
	1 6 6 3 2 6 6	6.7 * $\tau_c$ basal	0.05	Basal n°1, 2, pyramidal II 15, macle A6	33 17 51
	1 4 4 6 2 6 6	10.1 * $\tau_c$ basal	0.33	Basal n°2, 3, prismatique 6, pyramidal I 12, pyramidal II 15	23 15 1
1 15 22	1 4 4 6 2 6 6	10.5 * $\tau_c$ basal	0.21	Basal n°2, 3, prismatique 6, pyramidal I 12, pyramidal II 15	22 15 2

Tableau 4.21 : résumé de simulations à 10% de déformation sur les cristaux (0 15 30) déformés à 350°C

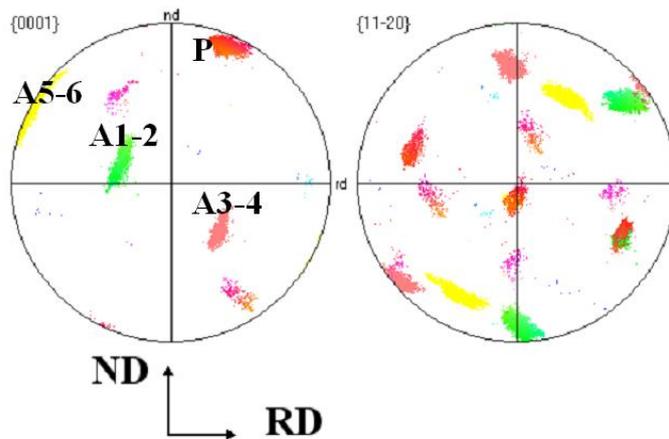
## 9) Cristaux 90 15 30

L'orientation initiale exacte est (82 15 33), et pour cette famille de cristaux déformés de 25 à 450°C, nous attendions du glissement basal. Les échantillons sont tous très cisailés dans le plan ND selon la direction RD (cisaillement  $xz$ ) ; si bien qu'ils prennent la même forme macroscopique que les échantillons (90 6 30). Nous avons observé et identifié (figures 4.56 et tableau 4.22) uniquement des macles de traction  $\{10\bar{1}2\}$ , en quantité assez faible et réparties de manière très hétérogène sur la surface : ils se trouvent surtout proche des deux

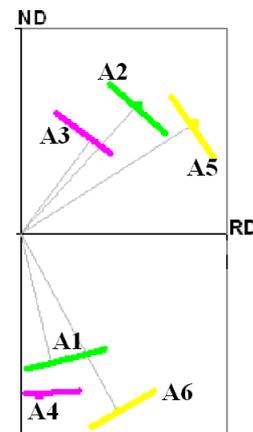
bords aplatis en dernier (formant un angle supérieur à 90°), ce qui nous amène à penser qu'ils sont apparus vers la fin de la déformation (figures 4.59 à 4.62).



(a) Carte de (90 15 30) déformé de 0.107 à 150°C



(b) Figure de pole  
Figures 4.56



(c) Schéma des plans de macles

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P	70	21	50	Parent	82	15	33		
A3-4				A3	25	95	17	0.46	0.61
				A4	23	102	17	0.09	-0.80
A1-2				A1	147	100	44	0.19	-0.79
				A2	145	93	43	0.57	0.62
A5-6				A5	85	101	31	0.85	0.53
				A6	85	109	31	0.47	-0.88

Tableau 4.22 : identification des macles pour l'échantillon (90 15 30) déformé à 150°C

Nous déduisons des courbes contrainte-déformation (figures 4.57 et 4.58) les CRSS pour le glissement basal en fonction de la température. Conformément à la littérature [7] il y a relativement peu d'influence de la température entre 25 et 350°C, mais nous constatons une forte baisse des CRSS à 450°C. Notons que la simulation prédit l'activation de 2 systèmes de glissement basal aussi actifs l'un que l'autre.

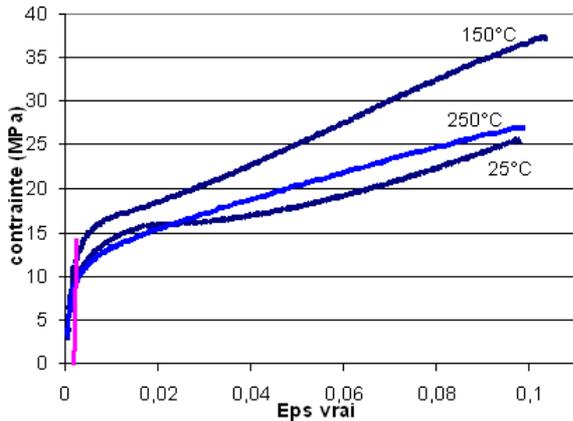


Figure 4.57 : courbes (90 15 30) à 25°C de 0.099, à 150°C de 0.107, à 250°C de 0.111

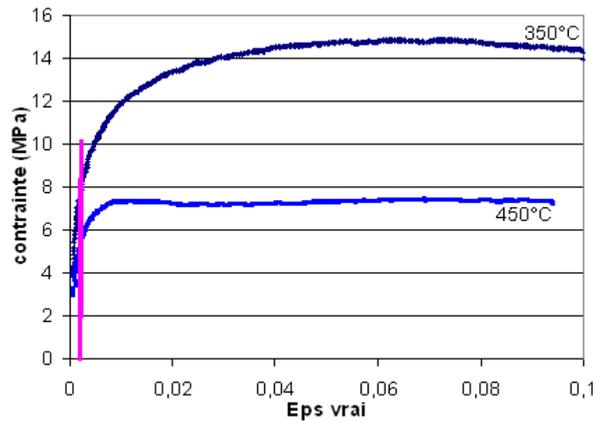


Figure 4.58 : courbes (90 15 30) à 350°C de 0.13, à 450°C de 0.106

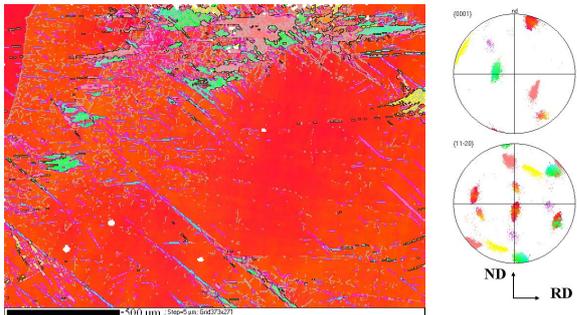


Figure 4.59 : carte et figure de pôles de (90 15 30) à 25°C de 0.099

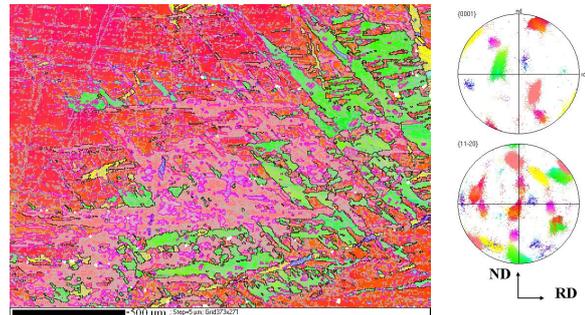


Figure 4.60 : carte et figure de pôles de (90 15 30) à 250°C de 0.111

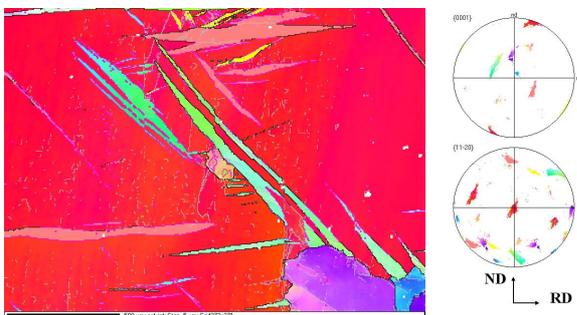


Figure 4.61 : carte et figure de pôles de (90 15 30) à 350°C de 0.13

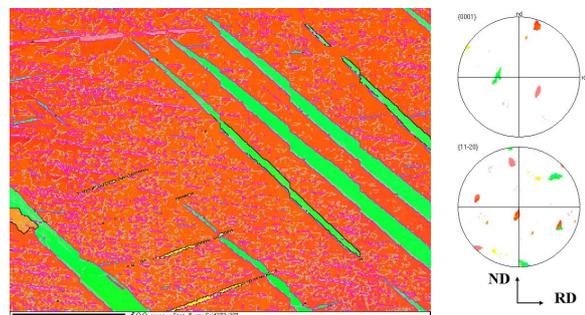


Figure 4.62 : carte et figure de pôles de (90 15 30) à 450°C de 0.106

## 10) Cristaux 90 75 30

L'orientation exacte de ce cristal est (88 75 34). Nous avons déformé un cristal à 250°C (figure 4.63), nous avons observé un cisaillement  $\epsilon_{xz}$  sensible mais modéré. Les observations EBSD (figures 4.64 et tableau 4.23) ont révélé des macles  $\{10\bar{1}2\}$ .

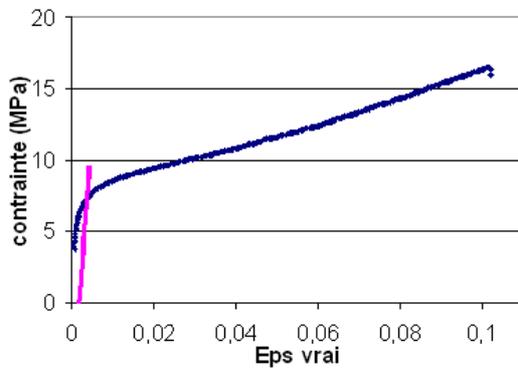
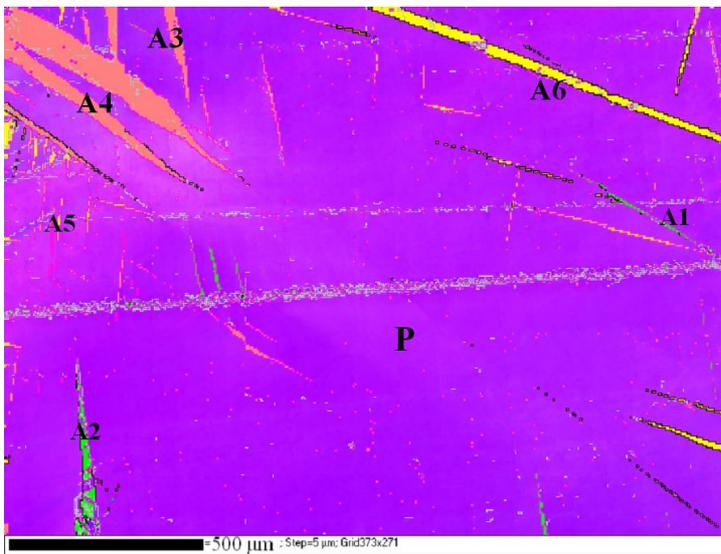
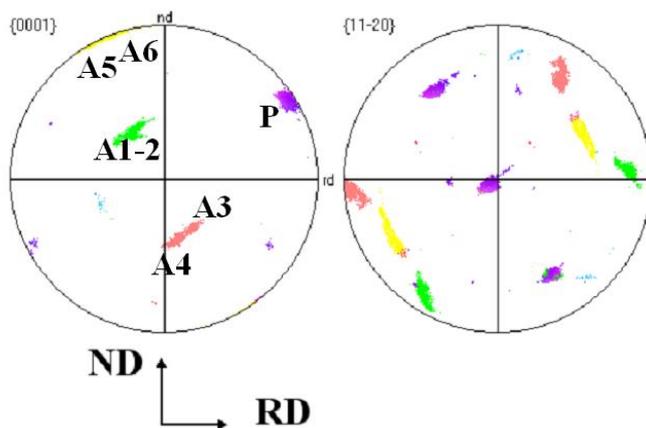


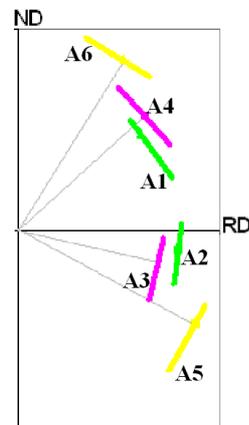
Figure 4.63 : courbes (90 75 30) à 250°C de 0.123



(a) Carte de (88 75 34) déformé de 0.123 à 250°C



(b) Figure de pôles  
Figures 4.64



(c) Schéma des plans de macle

Numéro	orientation expérimentale			Identification	orientation théorique			Plans des macles	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2	RD	ND
P	84	57	31	Parent	88	75	34		
A3-4	14	118	36	A3	12	121	20	0.78	-0.18
	7	121	35	A4	4	124	16	0.63	0.56
A1-2	164	117	27	A1	175	116	45	0.61	0.48
	164	118	27	A2	167	114	42	0.80	-0.10
A5-6	93	159	40	A5	100	161	42	0.88	-0.47
	93	162	39	A6	108	168	49	0.53	0.85

Tableau 4.23 : identification des macles pour l'échantillon (88 75 34) déformé à 250°C

L'échantillon déformé à 250°C a subi un léger fluage lors de la précharge. Les simulations (tableau 4.24) montrent que le glissement basal tend à redresser l'axe  $\bar{c}$  vers ND, c'est à dire à diminuer  $\Phi$ . La rotation du cristal avec la déformation, qui se manifeste par une diminution de  $\Phi$ , conduit à des orientations plus molles, et, si on fait abstraction de l'écrouissage, à un adoucissement de l'échantillon.

Orientation initiale	CRSS	$\varepsilon$ (%)	Orientation finale	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\varepsilon=1\%$ )
88 75 34	1 6 6 8 2 8 8	10	89 61 34	Basal n°1, 3, maclage A1, A4, A6	4.5 * $\tau_c$ basal
		12	89 59 34		

Tableau 4.24 : résumé de simulations sur le cristal (90 75 30)

Nous avons pris en compte l'effet du fluage lors du calcul des courbes contrainte-déformation (figure 4.63), en remplaçant la hauteur initiale dans le calcul par la hauteur finale plus le déplacement du poinçon, sans quoi on sous-estime la surface et donc on sur-estime la contrainte (nous avons en fait déjà fait une telle petite modification sur d'autres échantillon où la déformation sur les courbes était très en deçà de la déformation vraie calculée en mesurant les échantillons).

## 11) Effet de la vitesse de déformation

Alors que jusqu'à présent tous les résultats présentés portaient sur des monocristaux déformés à vitesse de  $0.1 \text{ s}^{-1}$ , nous avons voulu présenter quelques expériences qui ont été menées dans le but d'évaluer la dépendance de la contrainte d'écoulement à la vitesse de déformation. En effet nous avons utilisé un modèle rigide-plastique et non un modèle visco-plastique, en grande partie parce que nous avons supposé que le maclage était un phénomène pratiquement insensible à la vitesse de déformation.

Une première série d'études a été menée sur des cristaux (90 90 30) qui, rappelons-le, se déforment initialement par maclage de traction puis glissement basal. D'orientation exacte

(88 84 32) ces cristaux sont déformés à 250°C à trois vitesses différentes (figure 4.65), les échantillons déformés à 0.01 et 1 s<sup>-1</sup> ont été déformés d'environ 50%, et l'échantillon déformé à 0.1 s<sup>-1</sup> est celui déformé de 0.092 dans la section IV-2.

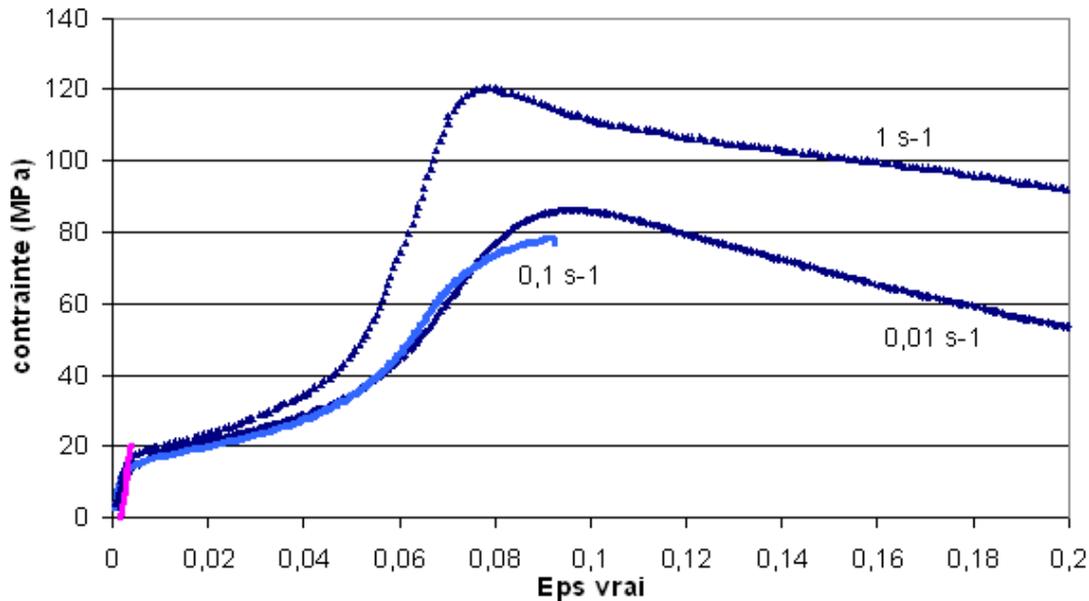


Figure 4.65 : courbes (90 90 30) à 250°C à 0.01 s<sup>-1</sup> de 0.52, à 0.1 s<sup>-1</sup> de 0.092 et à 1 s<sup>-1</sup> de 0.57

Nous résumons (tableau 4.25) les contraintes de maclage à 1%, mais aussi la contrainte d'écoulement à 8%, mesurée une fois que tout est maclé, pour évaluer la dépendance à la vitesse de la contrainte du glissement basal qui est actif dans les macles.

Vitesse (s <sup>-1</sup> )	$\sigma_{zz}$ 1%	$\sigma_{zz}$ 8%
0.01	20.4	86
0.1	17.7	78
1	21.6	120

Tableau 4.25 : mesures expérimentales observées sur les courbes contrainte-déformation d'échantillons 90 90 30, à 250°C, pour 3 vitesses de déformation

Il apparait clairement que les contraintes initiales d'écoulement pour le maclage de traction sont peu sensibles à la vitesse de déformation. La baisse des contraintes à 0.1 sec-1 (par rapport à 0.01 sec-1) est attribuée à la présence d'une partie de l'échantillon d'un autre grain d'orientation plus molle (Figure 4.66 et tableau 4.26).

Par contre l'accroissement de la contrainte à 8 % de déformation indique qu'il y a une augmentation sensible des CRSS du glissement basal lorsque la vitesse de déformation diminue.

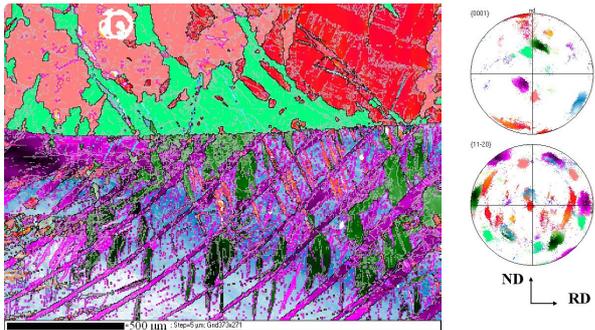


Figure 4.66 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 250°C de 0.092, 0.1 s<sup>-1</sup>

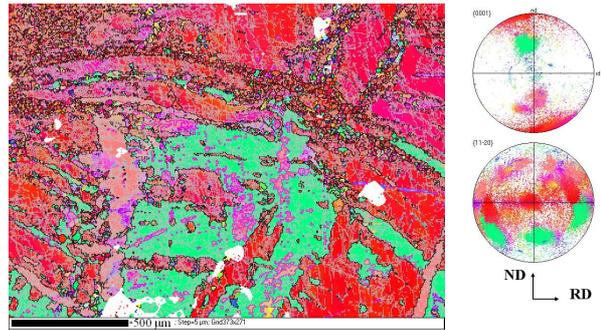


Figure 4.67 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 250°C de 0.52, 0.01 s<sup>-1</sup>

partie	orientation	CRSS simulation	Systèmes actifs	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ )
P (dessus)	88 82 32	1 6 6 8 2 8 8	Macles A4 A6	4.3* $\tau_c$ basal
P2 (dessous)	76 119 15		Basal n°1, 3, macle A2	3.1* $\tau_c$ basal
théorique	88 84 32		Macles A4, A6	4.2* $\tau_c$ basal

Tableau 4.26 : résumé de simulations sur (90 90 30) déformé à 250°C de 0.092 à 0.1 s<sup>-1</sup>

Une seconde expérience a été menée sur un cristal 0 90 30 (d'orientation exacte 1 89 32) déformé à 450°C à deux vitesses différentes (figure 4.68). Dans ces conditions le cristal doit se déformer par glissements prismatique ou pyramidal I. Les échantillons déformés à 0.1 s<sup>-1</sup> ont été présentés dans le paragraphe IV-3, l'échantillon déformé à 0.001 s<sup>-1</sup> l'a été de 0,112.

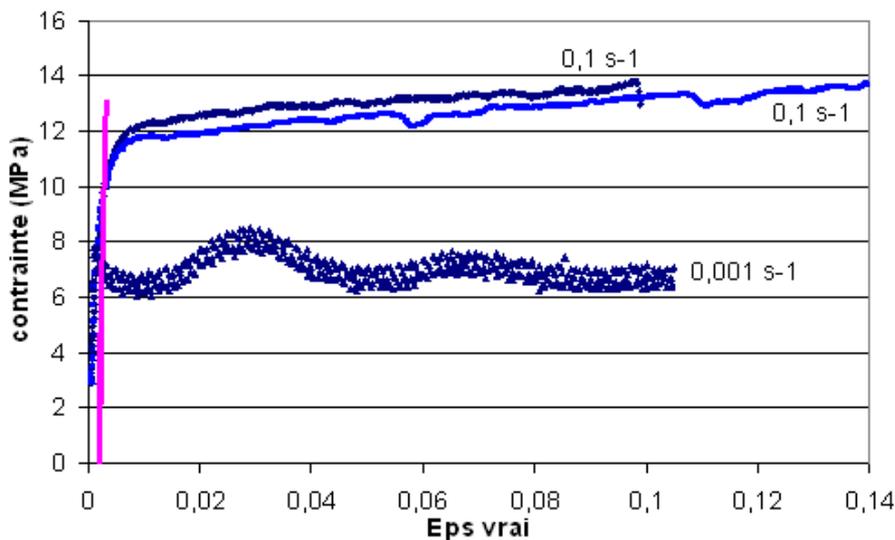


Figure 4.68 : courbes (0 90 30) à 450°C à 0.1 s<sup>-1</sup> de 0.104 et 0.32 et à 0.001 s<sup>-1</sup> de 0.112

On observe que si on divise par 100 la vitesse, on divise presque par 2 la contrainte d'écoulement du glissement (bien qu'il y ait trop peu de points pour évaluer une quelconque loi de dépendance à la vitesse de déformation).

## 12) Compression uniaxiale

Dans le but de comparer nos résultats avec d'autres études, nous avons effectué 2 essais de compression uniaxiale avec des monocristaux de type 90 90 30 (orientation exacte 88 84 32) (figure 4.69). En théorie la simulation, en utilisant le modèle de compression uniaxiale pour les monocristaux, active un seul système de déformation, le maclage de variante A6, sous une contrainte de  $4.05 * \tau_c$  basal (avec CRSS maclage  $\{10\bar{1}2\} = 2$ ) ; alors que le modèle Channel-die active un peu le maclage de variante A4 et principalement la variante A6, avec en particulier la nécessité de relâcher la contrainte en  $\sigma_{yy}$  (sinon on a  $\sigma_{yy}$  positif). La déformation se fait sous une contrainte de  $4.24 * \tau_c$  basal ; donc les contraintes de déformation sont en théorie assez proches. Mais la comparaison avec les essais de channel-die (figures 4.69 et 4.70) montre qu'il y a une grande différence dans les contraintes d'écoulement sur un domaine important de déformation ; le channel-die exige une contrainte bien supérieure à la contrainte théorique (par un facteur de 2,5 environ). Donc en évaluant les CRSS par des essais de channel-die et non par des essais de compression uniaxiale, il apparaît un problème d'identification des CRSS selon le mode de déformation.

Nous avons regardé dans la littérature disponible à ce jour si nous pouvions comparer des résultats d'évaluation des CRSS pour différents modes de déformation. Pour la CRSS du glissement prismatique, Wonziewicz et Backofen [11] ont mesuré 12 MPa à 270°C en Channel-die, et Yoshinaga et Horiuchi [9] 8 MPa à 250°C en traction. Pour le maclage  $\{10\bar{1}1\}$ , les mesures ont été faites sur des monocristaux compressés selon l'axe  $\bar{c}$  : Wonziewicz et Backofen ont mesuré 49 MPa à 200°C en channel die, alors que Yoshinaga et Horiuchi [10] ont mesuré 24,5 MPa à 200°C en compression uniaxiale. Il semblerait donc que pour les monocristaux le channel-die conduise à des états de contraintes bien plus élevés.

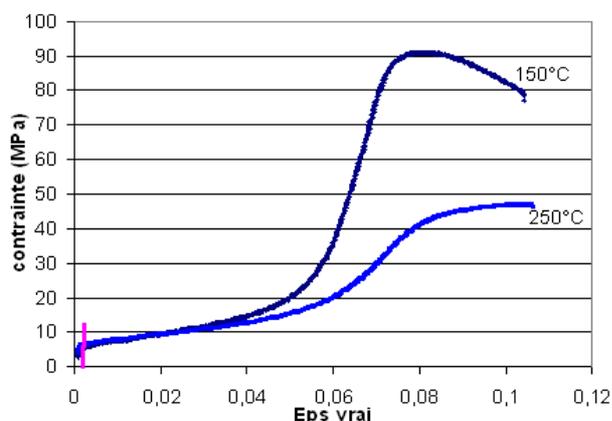


Figure 4.69 : courbes (90 90 30) à 150°C de 0.104, à 250°C de 0.103 déformés en compression uniaxiale (CU)

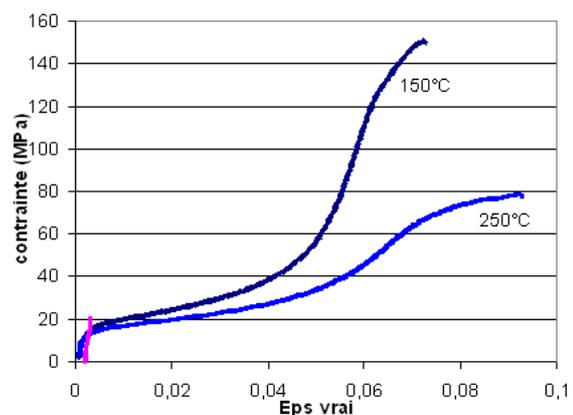


Figure 4.70 : courbes (90 90 30) à 150°C de 0.071, à 250°C de 0.092 déformés en compression plane bi-encastree

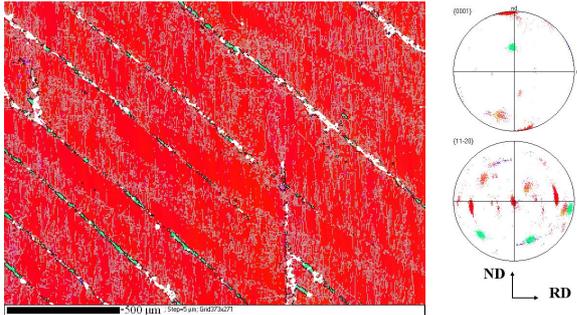


Figure 4.71 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 150°C de 0.104 en CU

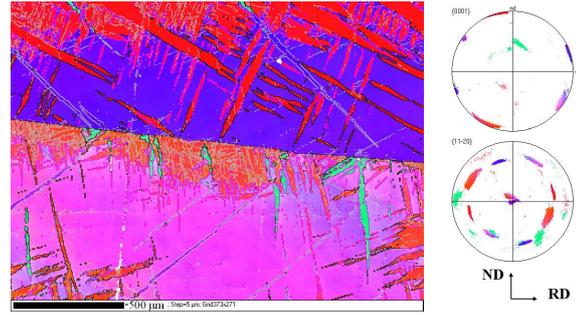


Figure 4.72 : carte et figure de pôles de (90 90 30) à 250°C de 0.103 en CU

L'échantillon déformé en compression uniaxiale à 250°C (figure 4.72) a un joint de grain qui a une trace horizontale dans le plan d'observation, mais sa partie supérieure a la bonne orientation et sa partie inférieure a une orientation presque symétrique et donc de même dureté. Cela influence certainement la contrainte de déformation totale, mais il est difficile de dire comment : la partie supérieure a moins de macles vers le joint de grain, alors que la partie inférieure a plus de macles. Aux joints de grains on peut avoir des concentrations de contraintes qui favorisent les systèmes de déformation, mais les joints de grain peuvent aussi empêcher les dislocations et les macles de se propager, empêcher le cisaillement du cristal, et donc durcir l'échantillon.

### 13) Problèmes rencontrés

*présence des joints de grains :*

Sur de nombreux échantillons nous avons observé des joints et des sous-joints de grain. D'après la loi de Hall-petch ils ont un effet durcissant. Par exemple sur l'échantillon (90 90 30) déformé à 25°C de 0.04 par channel-die, nous avons vu un joint de grain horizontal sur le cristal, et la contrainte était légèrement plus élevée que sur l'échantillon déformé à 25°C de 0.065 où aucun joint de grain n'avait été observé. Lorsque les joints de grain sont verticaux, nous avons modélisé la déformation des différents grains et sous grains observés pour voir dans quelle mesure leur présence influençait le résultat ; par exemple une orientation plus molle que l'orientation théorique conduit à une sous évaluation de la contrainte et des CRSS. Il est par contre très difficile de dire comment les joints de grain influencent la germination des macles : sur la figure 4.72 où il y a un joint de grain horizontal, on voit deux orientations quasiment symétriques mais dans le grain supérieur il y a peu de macles vers le joint de grain, alors que dans le grain inférieur il y a beaucoup de macles rouge concentrées contre le joint de grain.

*macles non attendues :*

En particulier sur les cristaux (90 90 30) nous observons toutes les variantes de macles, mêmes si trois variantes (dont les deux symétriques en rouge) prédominent. Il est possible que les variantes secondaires, en faible quantité, des macles  $\{10\bar{1}2\}$  nommés de A1 à A4, aient été formées avant la déformation mesurée, c'est à dire lorsque nous avons fermé le channel-die ou pendant la chauffe, bien que en théorie le channel-die soit plus large de 0.05 mm que les échantillons. Cela expliquerait que ces macles soient très longues. La contrainte de maclage est calculée dans le cas où les macles se propagent dans un monocristal, or ici les macles attendues, principalement la variante A6, sont gênées par ces autres macles et ne peuvent se propager librement. A l'opposé ces autres macles peuvent peut-être aussi créer des contraintes internes qui faciliteraient la germination des macles.

#### **14) Bilan**

Nous avons déformé une quarantaine d'échantillons à la vitesse de 0,1 s<sup>-1</sup> en channel-die, 3 échantillons (90 90 30 et 0 90 30) à d'autres vitesses de déformation et 2 échantillons en compression uniaxiale. Nous pouvons évaluer les contraintes nécessaires pour activer le maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  et le glissement basal en channel-die pour des températures allant de 25 à 450°C. Nous avons aussi observé des monocristaux dont l'orientation était proche d'une orientation idéale pour l'activation d'autres systèmes de déformation, comme le glissement prismatique et le glissement pyramidal II. A basse température et pour les orientations dures, nous avons observé du maclage de compression. Nous avons aussi observé des cristaux dont l'orientation se voulait être plus aléatoire, mais qui se sont déformés par combinaison de glissement basal et maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$ . Le modèle donne une moindre fraction de macles qu'il n'en est observé, mais ce résultat était attendu. Les essais complémentaires montrent la faible dépendance du maclage à la vitesse de déformation, alors que le glissement dépend grandement de la vitesse de déformation. Les essais en compression uniaxiale donnent des contraintes beaucoup plus faibles qu'en channel-die alors que le modèle prévoit des contraintes proches.

Le chapitre suivant a pour but de remonter aux CRSS à partir des contraintes mesurées et des contraintes simulées par le programme, en supposant leur proportionnalité.

## Chapitre V : évaluation des CRSS

### 1) Introduction

Nous avons mis en parallèle les contraintes lues sur les courbes contrainte-déformation avec les contraintes calculées par le programme pour évaluer les CRSS. Nous avons choisi les contraintes à une déformation plastique de 1% pour évaluer les CRSS car ces mesures sont assez reproductibles dans un essai de channel-die. Pour cette déformation on est sûr que l'ensemble du cristal se déforme plastiquement. En revanche, à la valeur classique de 0,2%, les contraintes d'écoulement varient beaucoup, pour de petites variations de déformation, à cause de l'écroutissage initial et la mise en place de l'échantillon. (Figure 5.1).

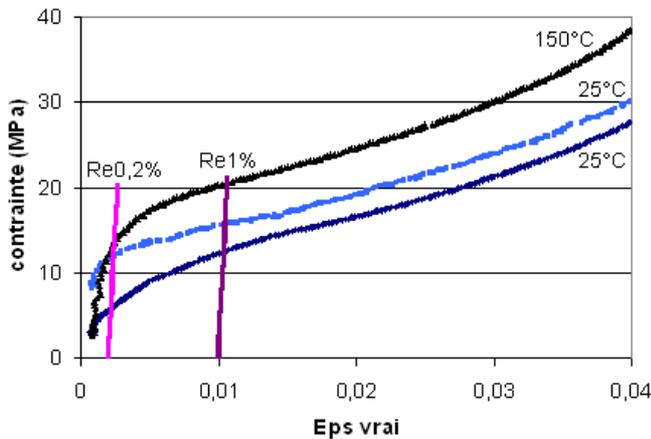


Figure 5.1 : courbes (90 90 30) à 25°C de 0.04 et 0.065, à 150°C de 0.071, avec limites d'élasticité à 0.2 et 1% de déformation plastique

Les CRSS utilisées dans ce travail correspondent aux contraintes d'écoulement pour que des dislocations traversent la forêt de dislocation, ou que les macles se propagent.

Tous les monocristaux ont été déformés à 250 et 350°C, donc nous pouvons espérer avoir des résultats précis et reproductibles à ces deux températures.

Un des premiers objectifs de cette partie est de trouver les CRSS ( $\tau_c$ ), pour chaque température, qui une fois rentrés dans le programme donnent le résultat qui colle « le mieux » avec l'expérience. Les CRSS données pour chaque température ne correspondent pas forcément à un optimum satisfaisant pour tous les échantillons, mais à un compromis, et quand c'est nécessaire une température peut avoir deux jeux de CRSS, normalement très proches, pour satisfaire aux systèmes de déformation observés sur deux cristaux différents.

Notons aussi que comme nous travaillons en mode rigide plastique ('rate insensitive'), les systèmes (de glissement ou de maillage) sont soit actifs soit inactifs, donc en diminuant la

CRSS d'un système actif ou en augmentant la CRSS d'un système inactif, on obtient le même résultat. C'est lorsque un système est actif pour un échantillon et inactif pour un autre échantillon, que nous pouvons placer la CRSS de ce système dans une fourchette de CRSS par rapport à d'autres systèmes. Du fait de la loi 'tout ou rien' précédemment évoquée, on ne peut généralement pas contrôler les quantités de maclage ou de glissement en jouant sur les CRSS, donc nos CRSS sont choisies en répondant par oui ou non à la question : ce système est il actif ?

Par convention la plus faible CRSS vaudra 1, ce sera le glissement basal.

Les calculs ont été effectués avec le programme rigide plastique qui ne modifie pas les CRSS pour le maclage de traction.

Pour arriver à des CRSS satisfaisantes dans le programme, la procédure itérative est la suivante :

- nous sommes parti d'un jeu de CRSS estimé à partir de la littérature, par exemple 1 6 6 8 1 4 4 (rappelons qu'il s'agit respectivement des CRSS pour les glissements basal, prismatique, pyramidal I, pyramidal II, maclage  $\{10\bar{1}2\}$ ,  $\{10\bar{1}1\}$ ,  $\{10\bar{1}3\}$ ) à 250°C.
- nous utilisons directement la proportionnalité qu'il y a entre  $\sigma_{zz}$  (calculée à 1% de déformation) et les CRSS du programme d'une part, et entre la contrainte mesurée lors de la déformation des monocristaux et les CRSS réelles d'autre part. Cela revient à utiliser la formule  $CRSS_{exp} = Contrainte_{expérimentale} * CRSS_{model} / \sigma_{zz}$ .
- nous ne regardons que les CRSS des systèmes actifs, et c'est lorsqu'un seul système est actif que l'on peut espérer avoir une évaluation de sa CRSS la plus précise possible.

Ainsi nous obtenons une première évaluation des CRSS en fonction de la température ; et avec des CRSS proportionnelles on recommence la simulation. On essaye, autant que possible, de faire en sorte que les CRSS ne dépendent que de la température, et non de l'échantillon (et donc du système que l'on veut rendre actif). Or, ce n'est pas toujours possible, par exemple sur certains échantillons on trouve  $CRSS(\text{maclage } \{10\bar{1}1\}) > CRSS(\text{maclage } \{10\bar{1}3\})$  et sur d'autres échantillons  $CRSS(\text{maclage } \{10\bar{1}1\}) < CRSS(\text{maclage } \{10\bar{1}3\})$  ; nous avons été obligé d'utiliser deux jeux de CRSS légèrement différents.

Autant que possible, nous ne conservons dans ces résultats que les simulations portant sur l'orientation théorique. Dans le chapitre IV nous avons évalué, lorsque cela était nécessaire et conduisait à de grandes différences, l'influence d'une petite désorientation sur la contrainte calculée, et donc sur l'évaluation des CRSS.

## 2) Résultats

monocristal	orientation	T(°C)	CRSS	Système actif	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ )	crss 1 % (MPa)	
90 90 30 (1)	88 84 32	25	1 20 20 20 2 20 20	{10-12}	4.24	7.5	
90 90 30 (2)	88 84 32			{10-12}		6.4	
90 15 30	82 15 33			basal	4.70	3.1	
90 90 30 (1)	88 84 32	150	1 20 20 20 2 10 10	{10-12}	4.24	9.9	
90 90 30 (2)	88 84 32			{10-12}		9.9	
90 15 30	82 15 33			basal	4.70	3.6	
0 0 0	45 1 17			{10-13}	22.09	75	
0 0 0	45 1 17			1 20 20 20 2 9 10	{10-11}	21.44	70
0 90 30 (1)	1 89 32				{10-11}	32.76	30
0 90 30 (2)	1 89 32				{10-11}		28
90 6 30	72 6 46			1 20 20 20 2 10 10	basal	11.79	2.7
0 15 30	8 15 21				{10-12}	28.38	2.9
					basal	28.38	1.4
90 90 30	88 84 32		250	1 16 16 16 2 8 8	22 24	4.24	8.3
90 15 30 (1)	82 15 33				basal	4.7	2.9
90 15 30 (2)	82 15 33	basal				2.9	
0 0 0	45 1 17			{10-13}	17.68	43	
30 0 0	45 1 43			{10-13}	23.97	37	
0 90 30 (1)	1 89 32			1 16 16 16 2 7 8	{10-11}	26.65	20
0 90 30 (2)	1 89 32				{10-11}		19
90 6 30 (1)	72 4 46			1 16 16 16 2 8 8	{10-13}	16.9	23.7
90 6 30 (2)	72 6 46				basal	11.8	4.8
0 15 30	8 15 21				{10-13}	24.42	11
				1 16 16 16 2 7 8	{10-11}	23.10	10.3
15 90 0	58 85 54			1 16 16 16 2 8 8	{10-12}	5.56	7.6
75 90 0	75 88 56				{10-12}	5.31	6.0
90 75 30	84 67 32				basal	3.25	2.7
					{10-12}	3.25	5.5
90 90 30 (1)	88 84 32	350		1 4 4 6 2 6 6	{10-12}	4.24	7.4
90 90 30 (2)	88 84 32				{10-12}		8.7
90 15 30	82 15 33				basal	4.7	2.7
0 0 0	45 1 17			{10-13}	13.26	26	
30 0 0	45 1 43			Pyr II	13.1	24	
				1 4 4 6 2 5 6	{10-11}	13.11	20
0 90 30 (1)	1 89 32 (1)			1 4 4 6 2 6 6	prism	8.82	16
0 90 30 (2)	1 89 32 (2)				prism		14
90 6 30	72 6 46				basal	11.78	2.7
0 15 30 (1)	6 10 16				Pyr II	13.24	23
0 15 30 (2)	27 4 56				Pyr II	13.01	19
15 90 0	21 88 1				{10-12}	8.81	5.4
75 90 0	75 88 56				{10-12}	5.31	6.4
90 90 30	88 84 32		450	1 2 2 4 2 5 5	{10-12}	4.16	6.8
90 15 30	82 15 33				basal		4.69
0 0 0 (1)	45 1 17				Pyr II	9.92	9.9
0 0 0 (2)	45 1 17			Pyr II		12	
					1 2 2 4 2 4 5	{10-11}	9.51
30 0 0	45 1 43			1 2 2 4 2 5 5	Pyr II	8.74	27
0 90 30 (1)	1 89 32 (1)				Prism	4.41	5.6
0 90 30 (2)	1 89 32 (2)				Prism		5.4
90 6 30	72 6 46				Pyr II	9.24	
				1 2 2 4 2 6 6	basal	10.54	2.7

Tableau 5.1 : évaluation des CRSS pour chaque échantillon à 1% déformation

Nous résumons (tableau 5.1) pour tous les cristaux que nous avons étudiés, l'orientation de la simulation, le jeu de CRSS utilisé pour la simulation, quels systèmes étaient actifs dans la simulation et sous quelle contrainte verticale  $\sigma_{zz}$ , et les CRSS calculées à partir des contraintes lues sur les courbes contrainte-déformation à 1%.

Quand pour une même orientation et une même température nous avons plusieurs échantillons, nous notons (après son nom) un (1) ou (2).

Nous avons rassemblé les résultats sur un graphique (figure 5.1), les points creux correspondent aux CRSS calculées à 1% de déformation dans le tableau 5.1, à partir des différents monocristaux.

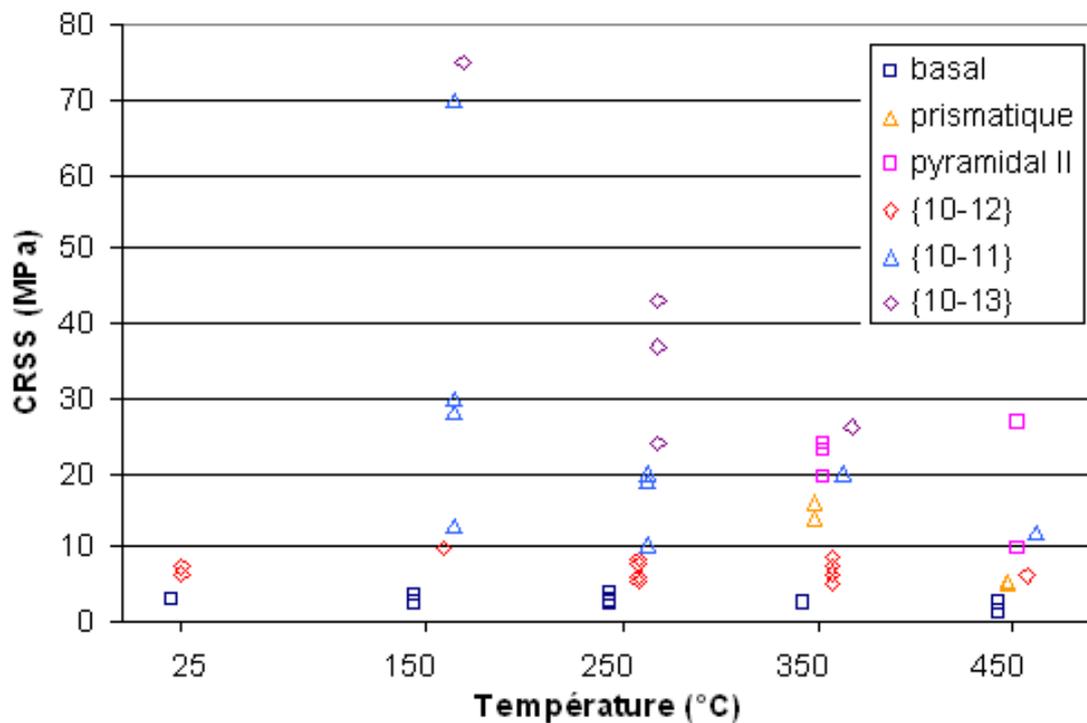


Figure 5.1 : résumé des CRSS à  $\epsilon = 1\%$  à partir des expériences. Les points des CRSS sont légèrement décalés pour éviter le chevauchement.

Nous observons pour le glissement basal et le maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  une faible dispersion des valeurs, quelque soit la température. De plus ces valeurs varient assez peu avec la température.

Le glissement prismatique (ou pyramidal I), que nous n'avons observé qu'au delà de 350°C, a été mesuré avec une assez grande précision sur les monocristaux (0 90 30) ; la valeur de sa CRSS passe de 15 à 5 MPa entre 350 et 450°C.

Le glissement pyramidal II n'a été observé qu'au delà de 350°C, il semblerait qu'en deçà sa CRSS soit plus élevée que les CRSS des maclages de compression, et donc nous ne pouvons

l'observer. Il n'a pas été possible de déterminer sa CRSS avec précision à 450°C, mais il semblerait qu'elle reste à une valeur relativement élevée (de l'ordre de 20 MPa).

La CRSS du maclage de compression  $\{10\bar{1}3\}$  a été mesurée à partir des cristaux (0 0 0) avec une bonne précision. La plus faible valeur observée à 250°C pour le cristal (90 6 30) n'est pas très crédible puisque ce cristal s'est surtout déformé par glissement basal. Dans l'ensemble, les valeurs des CRSS du maclage  $\{10\bar{1}3\}$  décroissent fortement avec la température, passant de 75 à 26 MPa entre 150 et 350°C. A 450°C nous n'avons pas observé de maclage, sa CRSS est donc supérieure à la CRSS du glissement pyramidal II.

Le maclage  $\{10\bar{1}1\}$  a une dispersion importante des valeurs évaluées à partir des différents échantillons ; nous discuterons de cette dispersion dans le paragraphe suivant. Toutefois nous évaluons ses CRSS en tenant compte des valeurs les plus élevées, obtenues pour l'échantillon (0 0 0) à basse température. Sa CRSS est alors légèrement plus faible que la CRSS du maclage  $\{10\bar{1}3\}$ , car il faut qu'elle soit plus faible pour que ce maclage soit activé en priorité dans les cristaux (0 90 30). A 350°C nous avons évalué sa CRSS comme étant très proche de la CRSS du maclage  $\{10\bar{1}3\}$  car nous avons vu de telles macles sur l'échantillon (30 0 0) en petite quantité, mais elle est légèrement supérieure à la CRSS du glissement pyramidal II.

### 3) Cas particuliers

On voit sur la figure 5.1 une grande disparité des CRSS du maclage  $\{10\bar{1}1\}$  à basse température (par exemple de 12 à 70 MPa à 150°C). Les faibles valeurs des CRSS du maclage  $\{10\bar{1}1\}$  à 150 et 250°C ont été calculées à partir des cristaux (0 90 30) et (0 15 30) : ces macles sont certainement apparues après les macles de traction, et ont sûrement profité d'une importante concentration de contraintes pour germer et croître, puisque les CRSS évaluées à partir du programme pour ces échantillons sont très inférieures aux CRSS évaluées pour le maclage de compression.

Nous avons choisi d'évaluer les CRSS de tous les systèmes de déformation actifs dans les échantillons (0 90 30) et (0 15 30) à 150°C, avec comme CRSS dans le programme 1 20 20 20 2 9 10 (tableau 5.2). Le calcul pour (0 15 30) des CRSS pour le maclage  $\{10\bar{1}2\}$  et le glissement basal donne des valeurs bien plus faibles que pour les autres échantillons, mais la proportionnalité est presque conservée. Il est important de voir que le programme prévoit une contrainte  $\sigma_{zz}$  très élevée pour (0 90 30) par rapport à (0 0 0), ce qui conduit à une évaluation

des CRSS d'autant plus basses, alors que les courbes contrainte-déformation ont montré que (0 0 0) était plus dur. Il est de plus impossible pour les échantillons (0 90 30), de regarder uniquement le facteur de Schmid du maillage  $\{10\bar{1}1\}$  selon Z : il est opposé à la compression (le facteur de Schmid a le mauvais signe) et il est donc impossible de faire comme si nous étions en compression uniaxiale.

Signalons enfin qu'une simulation sur le cristal (0 15 30) en utilisant les CRSS 1 20 20 20 2 10 10, donc à peine plus pour le maillage  $\{10-11\}$ , ne donne qu'un peu de maillage de traction et pas de maillage de compression.

Echantillon (orientation)	$\sigma_{zz}$ ( $\epsilon=1\%$ )	Systèmes actifs	Système considéré	CRSS 1% (MPa)
0 90 30 (1 89 32) (1)	32.76	Basal n°3, macles A5, B1	Basal (peu)	3.3
			$\{10-12\}$	6.6
			$\{10-11\}$	30
0 15 30 (8 15 21)	28.29	Basal n°2, macles A5, A6, B3	Basal (beaucoup)	1.4
			$\{10-12\}$	2.9
			$\{10-11\}$ (peu)	13
0 0 0 (45 1 17)	21.44	Basal n°3, macle B1	$\{10-11\}$	70

Tableau 5.2 : résumé de simulations avec CRSS = 1 20 20 20 2 9 10

Nous avons essayé, à partir du programme et des expériences à 250 °C, de trouver une valeur idéale pour départager le maillage  $\{10\bar{1}1\}$  et le maillage  $\{10\bar{1}3\}$ , et après de nombreuses simulations où nous avons utilisé une valeur décimale (et non entière) pour la CRSS du maillage  $\{10\bar{1}3\}$ , nous avons conclu à une incompatibilité (tableau 5.5).

Orientation	CRSS	Systèmes actifs	Système majoritaire	$\sigma_{zz}$ (pas n°2)
45 1 17	1 16 16 16 2 8 8.65	Basal n°3, macles A4, B1, b1a3	$\{10-11\}$	19.07
45 1 43		Macles A4, C1, C2, c1a6, c2a6	$\{10-13\}$	25.82
8 15 21		Basal n°1, macles A6, B3, b3a3	$\{10-11\}$	26.01
1 89 32		Macles A5, C1, C2, c1a3, c2a3	$\{10-13\}$	29.69

Tableau 5.5 : résultats de simulations sur des cristaux à 250°C

En effet il y a clairement une incompatibilité entre les résultats recherchés et les résultats obtenus, puisque sur le cristal (0 0 0) d'orientation (45 1 17) nous avons observé du maillage  $\{10-13\}$ , donc il faudrait diminuer CRSS( $\{10\bar{1}3\}$ ) ; et sur le cristal 0 90 30 d'orientation (1 89 32) nous avons des macles  $\{10-11\}$ , donc il faudrait augmenter CRSS( $\{10\bar{1}3\}$ ). En conséquence aucun jeu de CRSS ne nous donnera un résultat compatible avec l'expérience.

Nous prendrons ce résultat comme une illustration du problème de l'attribution d'une valeur unique de CRSS à un système de maillage.

#### 4) Synthèse

Nous avons sélectionné uniquement les valeurs les plus crédibles pour en évaluer les CRSS à 1% (*ie* la contrainte d'écoulement).

Nous indiquons (tableau 5.6) les valeurs retenues (CRSS\_exp) issues de nos expériences ; il y a parfois 2 ou 3 valeurs proches qui sont vraisemblables. L'évaluation de la CRSS qui nous paraît la meilleure (issue des expériences les mieux réussies) est appelée CRSS\_eval. En dernière colonne nous donnons le rapport de cette CRSS, pour chaque système, divisée par la CRSS du glissement basal pour toutes les températures étudiées.

Nous ne faisons plus ici la distinction entre glissement prismatique et pyramidal I car nous avons constaté qu'il est très difficile de les différencier (nous considérerons de manière arbitraire, mais comme d'autres auteurs, que nous avons du glissement prismatique).

T (°C)	Système	CRSS_exp	CRSS_eval	Rapport /basal
25	Basal	3.1	3.1	1
	{10-12}	7.5 6.4	6.5	2
150	Basal	3.6	3.6	1
	{10-12}	9.9	9.9	2.7
	{10-11}	70 30	70	19
	{10-13}	75	75	21
250	Basal	2.9	2.9	1
	{10-12}	8.3 7.6 6.0	8	2.8
	{10-11}	20 19	41	14
	{10-13}	43 37	44	15
350	Basal	2.7	2.7	1
	Prismatique	16 14	15	5.6
	Pyramidal II	24 23 19	25	9.3
	{10-12}	7.4 8.7 5.3 6.4	7.5	2.8
	{10-11}		>26 (26)	9.6
	{10-13}	26	26	9.6
450	Basal	1.5 2.7	1.6	1
	Prismatique	5.6 5.4	5.5	3.4
	Pyramidal II	10 11 27	20	12
	{10-12}	6.8	6.8	4.2
	{10-11}	>12	>22 (22)	14
	{10-13}		>24 (24)	15

Tableau 5.6 : évaluation des CRSS avec les données expérimentales et leur extrapolation

Nous reportons les données des CRSS évaluées du tableau 5.6 sur le graphique figure 5.2 ; ces CRSS sont les valeurs que nous avons jugées les plus crédibles, à partir des expériences, des simulations, et des remarques antérieures.

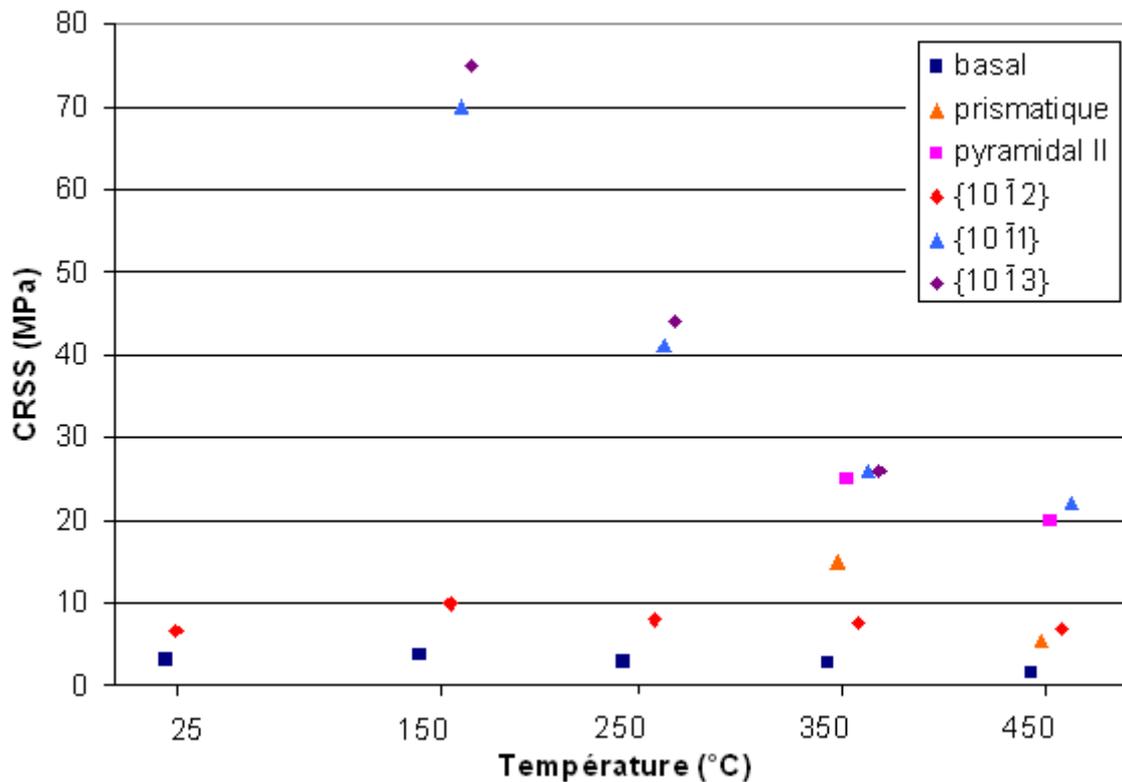


Figure 5.2 : CRSS évaluées à  $\epsilon = 1 \%$

Nous avons aussi reporté les données normalisées du tableau 5.6 sur le graphique figure 5.3. Sur ce graphique nous avons représenté le rapport des CRSS (des différents systèmes évalués précédemment) par rapport à la CRSS du glissement basal (carré). Nous avons également un jeu de CRSS (pour chaque température) utilisé dans les simulations (d'après la procédure itérative) et qui donne la meilleure correspondance avec les expériences. Cette correspondance n'étant pas parfaite nous avons mis les deux jeux sur la figure 5.3 pour comparaison. Notons que l'augmentation apparente des CRSS normalisées à 450°C est due simplement à la chute de la CRSS du glissement basal à cette température.

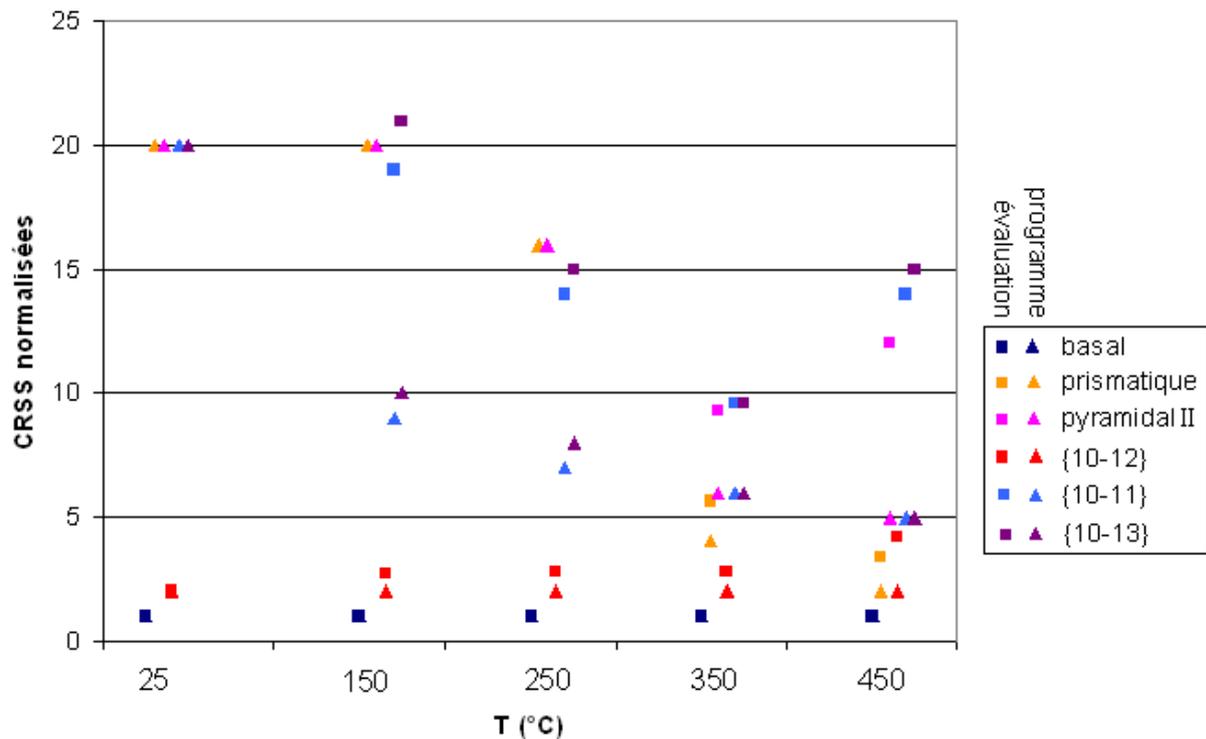


Figure 5.3 : résumé du rapport  $CRSS(\text{système})/CRSS(\text{glissement\_basal})$ , évaluées (carrés) et utilisées (triangles)

On constate d'après le tableau 5.6 et la figure 5.3 un certain nombre de résultats originaux et pertinents, notamment pour les simulations de plasticité cristalline de polycristaux de magnésium :

- les CRSS du glissement basal sont plus élevées que les valeurs de la littérature [9] sur monocristaux en glissement simple (autour de 3 MPa au lieu de 0,5 MPa)
- le maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  est activé à des contraintes de cisaillement de 6 à 10 MPa, peu sensibles à la température
- le maclage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  est surtout activé autour de 150°C sous contraintes élevées
- le maclage  $\{10\bar{1}3\}$  est activé sur les mêmes températures que le maclage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  sous des contraintes légèrement supérieures.
- Les glissements prismatique et pyramidal II sont actifs à partir de 350°C ; on notera des CRSS du système Pyramidal II de l'ordre de 20 MPa à ces températures tandis que les valeurs de la bibliographie [15] sont nettement inférieures à 10 MPa à haute température.

- De même, le glissement prismatique constaté à chaud s'opère sous des cissons de 5 à 15 MPa dans nos expériences de channel-die, par rapport aux valeurs de 1 à 3 de la littérature [8-9].

## Chapitre VI : Essais sur l'alliage AZ31

### 1) Introduction

Il est intéressant de voir comment un alliage polycristallin de magnésium se déforme par rapport aux monocristaux de magnésium dans des conditions similaires. L'objectif de cette partie de notre étude est donc de caractériser l'influence d'une texture cristallographique sur les propriétés mécaniques d'un alliage industriel de magnésium, notamment en fonction de la température. Nous compléterons cette étude expérimentale par des simulations numériques de plasticité cristalline d'agrégats polycristallins de magnésium avec le même type de modèle que pour les monocristaux.

Nos collègues chinois ont aussi étudié l'alliage AZ31 laminé, et se sont surtout intéressés à la variante de macle  $\{10\bar{1}2\}$  sélectionnée lorsque l'alliage est déformé, par des essais de compression plane bi-encastree et de compression uniaxiale [19-20].

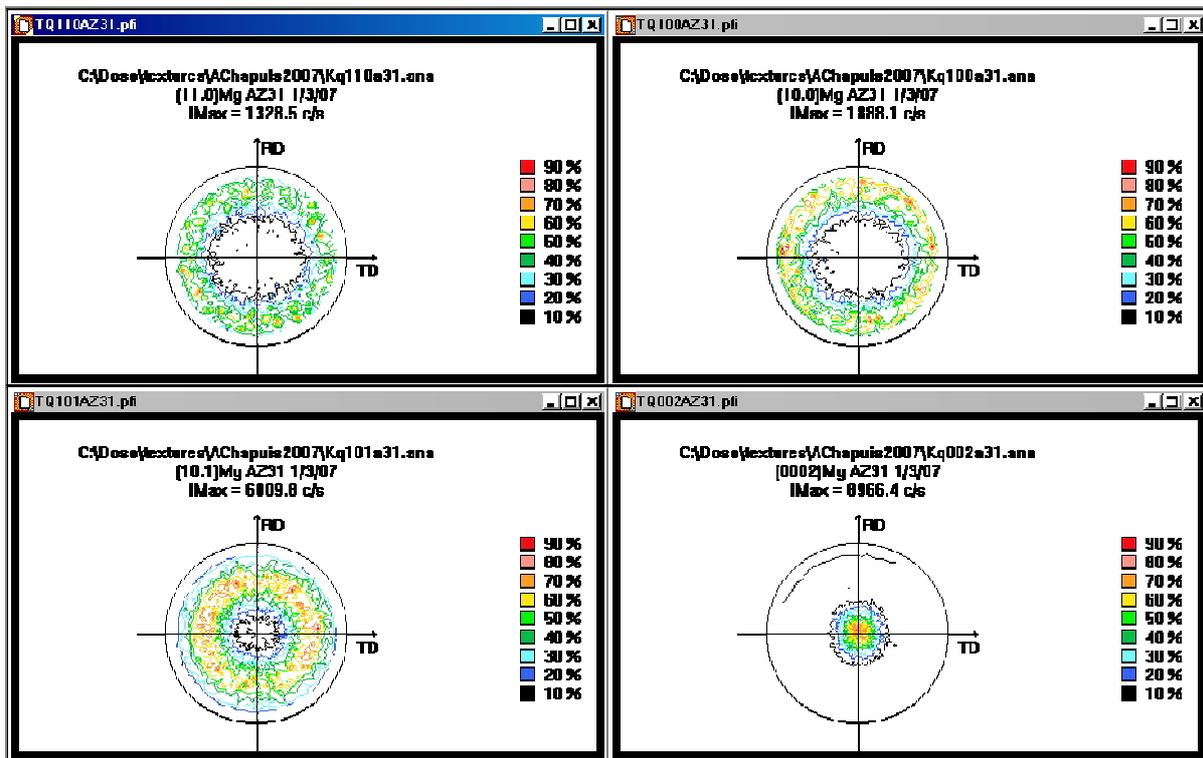


Figure 6.1 : mesure de texture sur échantillon AZ31 par RX  
Mesures (brutes) sur l'appareil 1 (anticathode Cobalt, fentes 0.6x0.6, agitation +50)

Nous nous sommes procuré un alliage AZ31 (3% Al – 1%Zn) en provenance de la société Magnesium Elektron sous forme de plaque laminée de 2 cm d'épaisseur. Cette plaque étant texturée nous avons prélevé des échantillons de channel-die dans différentes directions,

donc avec des textures différentes. Les échantillons ont été comprimés à des températures allant de 25 à 450°C et les microstructures analysées par EBSD.

La texture de l’alliage a été analysée par rayons X (figure 6.1), et nous avons une texture basale typique du laminage et axisymétrique autour de la direction normale (ND). Dans cette tôle laminée nous avons fait découper 3 types d’échantillons P, Q et R (tableau 6.1) avec 3 orientations différentes correspondant à 3 textures caractéristiques.

Nom\dimension	X Extension 8 mm	Y Contraint 7 mm	Z Compression 10 mm
P	ND plaque	RD plaque	TD plaque
Q	TD plaque	RD plaque	ND plaque
R	TD plaque	ND plaque	RD plaque

Tableau 6.1 : caractéristiques des échantillons d’alliage

Dans les échantillons de type P, la texture basale est telle que les grains sont orientés avec l’axe  $\bar{c}$  dans la direction d’allongement, et donc nous nous attendons à du maillage  $\{10\bar{1}2\}$  de traction (‘tensile twins’). Dans les échantillons Q, l’axe  $\bar{c}$  est proche de la direction de compression, donc nous nous attendons à l’activation du glissement pyramidal II, ou à du maillage  $\{10\bar{1}1\}$  ou  $\{10\bar{1}3\}$  de compression (‘compression twins’), qui généralement donnent du double maillage  $\{10\bar{1}1\}\{10\bar{1}2\}$  (‘double twins’). Dans les échantillons R, les axes  $\bar{c}$  des grains sont contraints, proches de l’axe transverse (TD), perpendiculaires à la direction d’allongement et à la direction de compression, donc nous devrions activer le glissement prismatique ou pyramidal I. Le tableau donne les longueurs et les directions de découpe.

Nous rappelons que nous avons effectué sur nos échantillons un traitement thermique de 28 heures à 350°C, avant déformation, dans le but d’avoir une microstructure stable, sans évolution pendant la chauffe des échantillons, mais aussi avec des grains d’orientation bien définie au départ et plus faciles à indexer par EBSD. Pour avoir une idée de la structure et de la texture du matériau de départ, nous présentons, fig. 6.2, la carte et ses figures de pôles de l’échantillon initial ; nous avons TD de la plaque d’origine horizontalement et RD de la plaque verticalement (on regarde bien sûr la face normale à ND de la plaque initiale). Du fait du traitement thermique préalable les grains sont équiaxes mais la texture basale initiale de la plaque est parfaitement conservée.

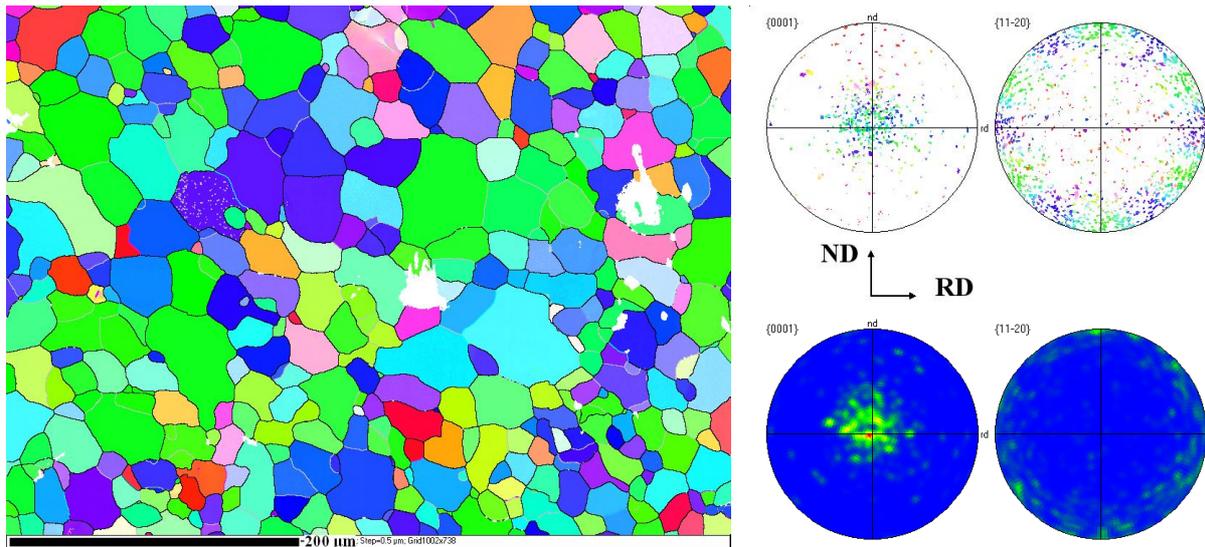


Figure 6.2 : carte et figure de pôles de R non déformé pour la texture initiale

Nous avons effectué des tests de compression plane à 25, 150, 250, 350 et 450°C, et dans la plupart des cas nous avons visé une déformation de 10% ; mais certains échantillons ont été déformés au delà de 30% pour bien mettre en évidence le développement de textures particulières. Nous rappelons aussi que les échantillons ont été déformés en channel-die à vitesse de déformation constante de  $0.01 \text{ s}^{-1}$ .

Pour la plupart des échantillons déformés, nous présentons la courbe contrainte-déformation, une carte EBSD faite sur une surface d'environ  $400 \times 500 \text{ μm}^2$ , ainsi que les figures de pôles  $\{0001\}$  et  $\{11\bar{2}0\}$  pour illustrer les textures.

A la fin de chaque paragraphe, nous présentons aussi les résultats de quelques simulations effectuées avec notre programme. La texture de départ utilisée pour nos simulations est issue de la carte faite sur l'échantillon R initial non déformé, dont nous avons sélectionné un point sur 100 pour avoir des temps de calculs raisonnables (inférieurs à 5 minutes) mais des résultats représentatifs. Par rotation des angles d'Euler de R initial nous avons obtenu les textures de départ pour les échantillons P et Q. Nous ne présentons qu'une partie des simulations effectuées, dans le but d'illustrer nos propos.

## 2) Echantillons P

Pour les échantillons P, l'allongement se fait selon l'axe  $\bar{c}$ , et on s'attend à une déformation par maillage de traction  $\{10\bar{1}2\}$ . En théorie le maillage de traction, sans glissement, permet une déformation de 6.3 %. Mais comme dans notre programme la partie maillée se déforme comme la partie parent, il faut une plus grande déformation pour faire disparaître (presque entièrement) la partie parent.

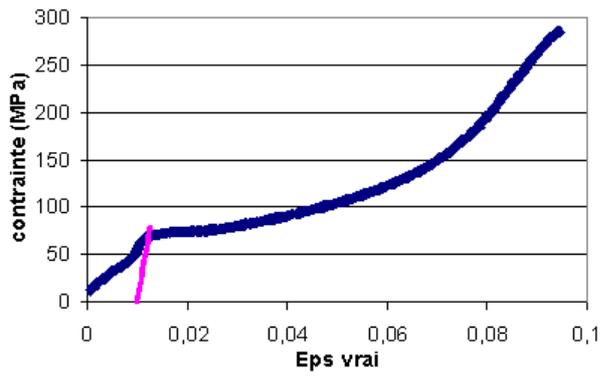


Figure 6.3 : courbe contrainte-déformation de P5 déformé à 25°C de 0.087

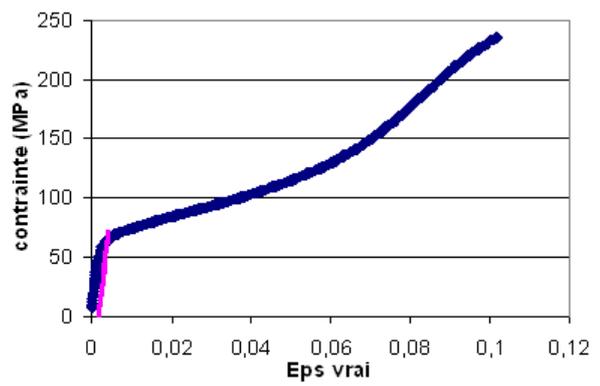


Figure 6.4 : courbe contrainte-déformation de P1 déformé à 150°C de 0.093

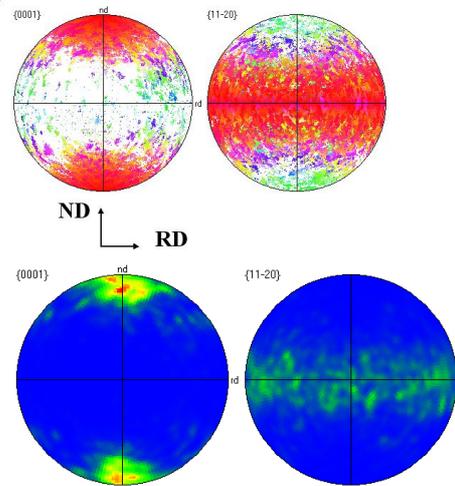
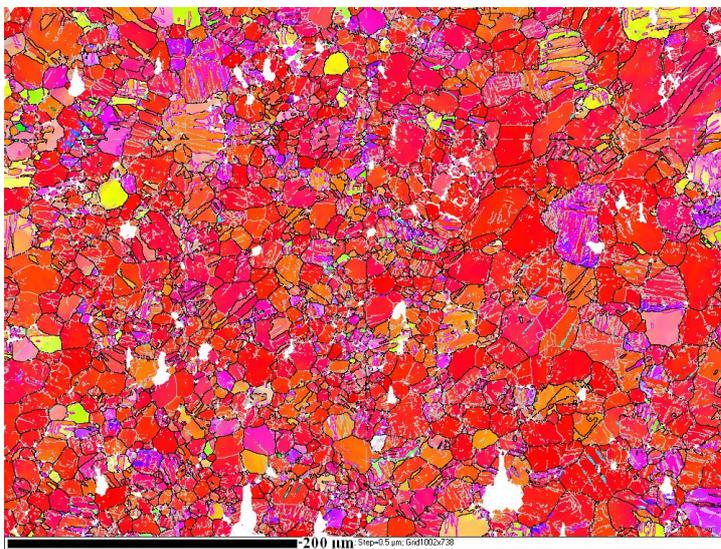


Figure 6.5 : carte et figure de pôles de P5 à 25°C de 0.087

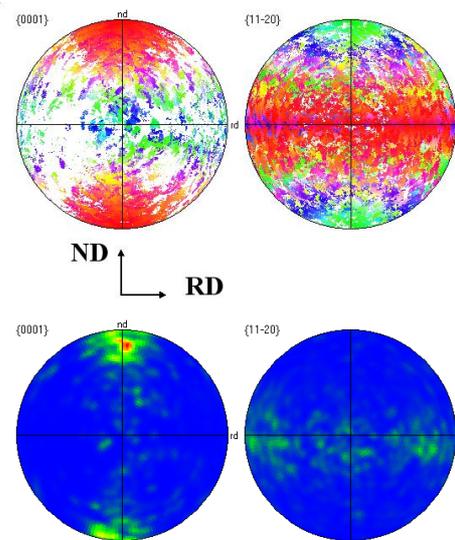
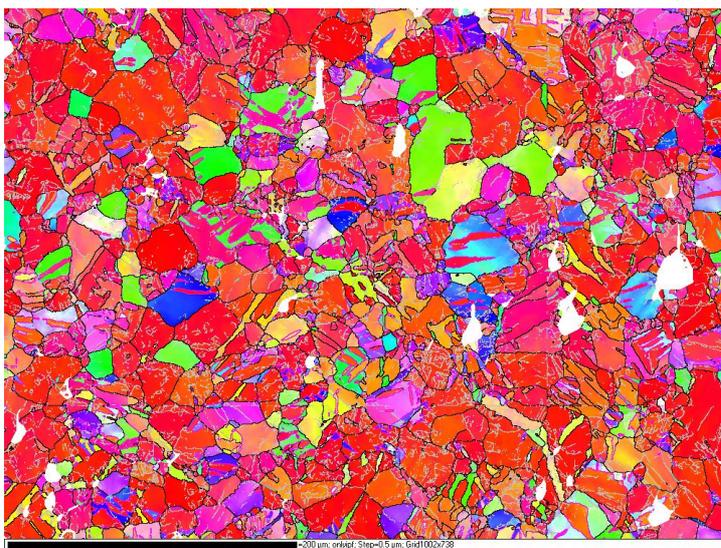


Figure 6.6 : carte et figure de pôles de P1 à 150°C de 0.093

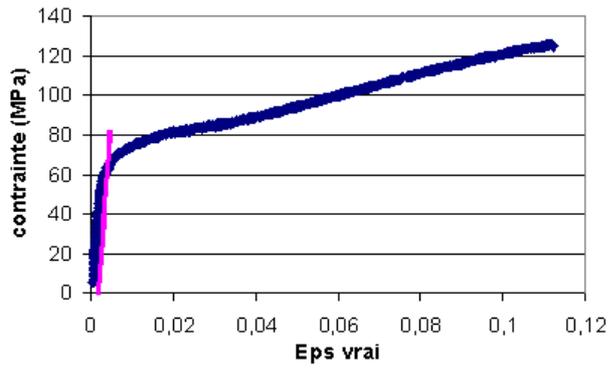


Figure 6.7 : courbe contrainte-déformation de P2 déformé à 250°C de 0.106

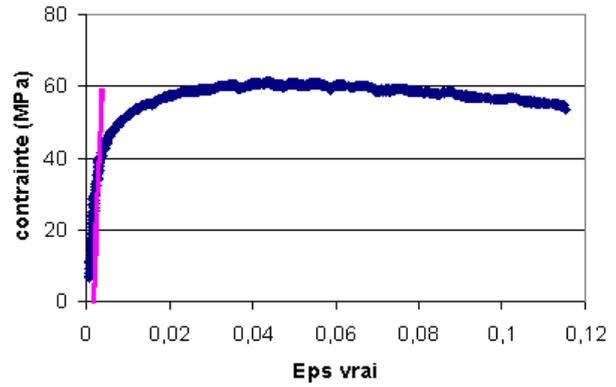


Figure 6.8 : courbe contrainte-déformation de P3 déformé à 350°C de 0.108

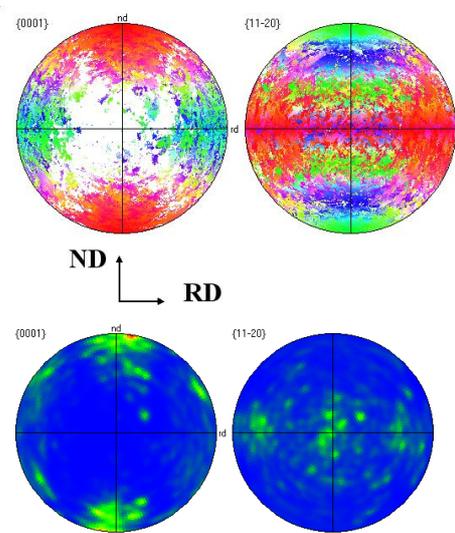
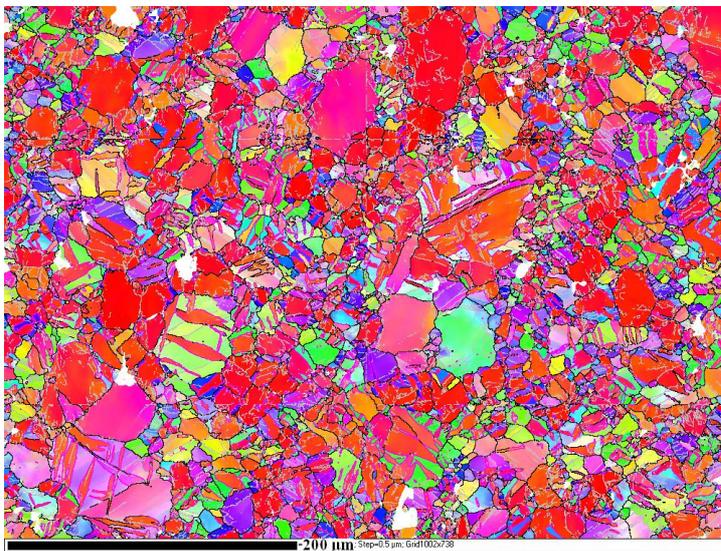


Figure 6.9 : carte et figure de pôles de P2 à 250°C de 0.106

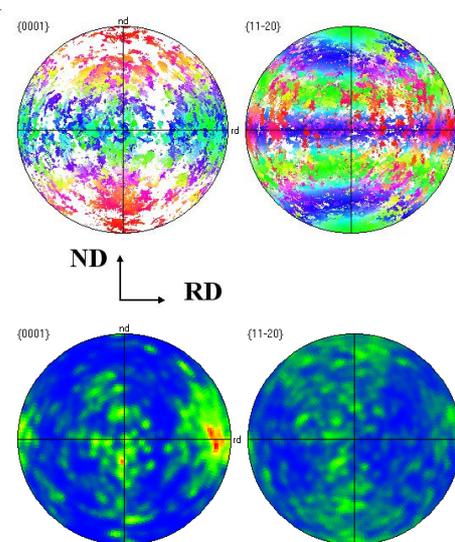
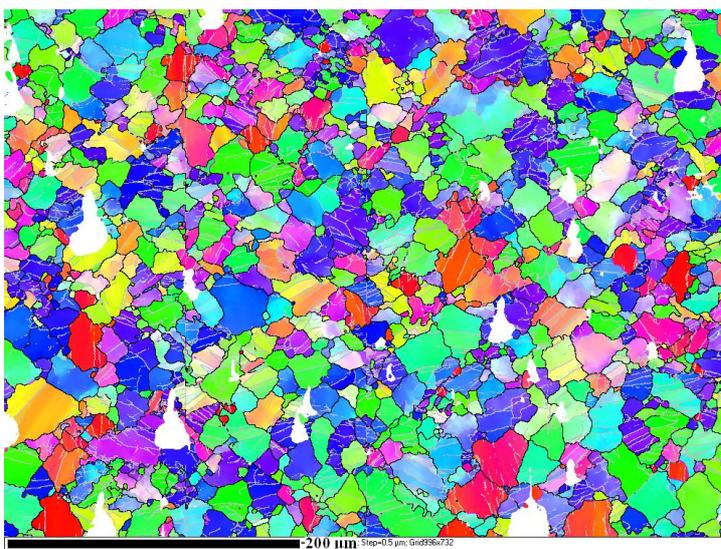


Figure 6.10 : carte et figure de pôles de P3 à 350°C de 0.108

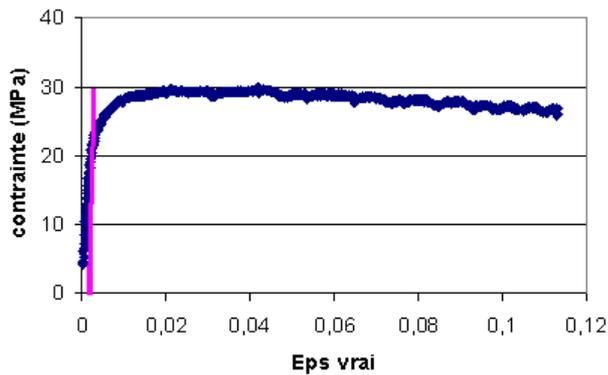


Figure 6.11 : courbe contrainte-déformation de P4 déformé à 450°C de 0.120

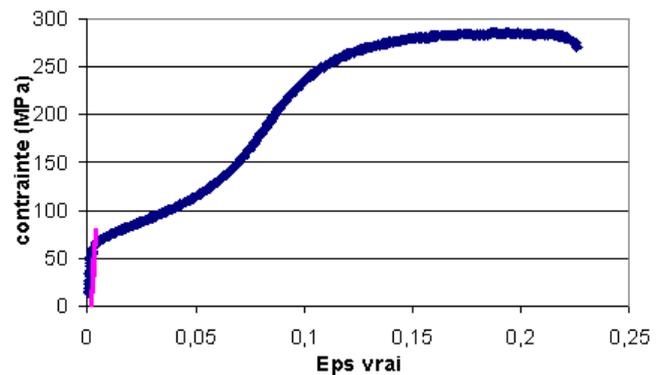


Figure 6.12 : courbe contrainte-déformation de P6 déformé à 150°C de plus de 25%, avec rupture

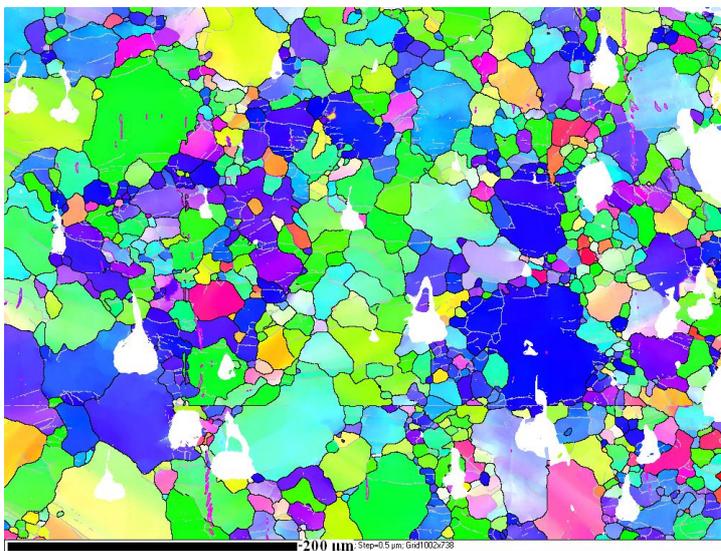


Figure 6.13 : carte et figure de pôles de P4 à 450°C de 0.120

Nous observons (figures 6.3 à 6.10 et 6.12) à basse température que l'intégralité des cristaux ont maclé pour donner la texture basale caractéristique du laminage, avec tous les axes  $\bar{c}$  proches de ND. Les courbes contraintes-déformation montrent le plateau caractéristique du maclage suivi d'un écrouissage important. Entre 250 et 350°C une transition se fait et on observe une diminution de la quantité de macles de traction  $\{10\bar{1}2\}$  et un affaiblissement de la texture basale, au profit d'une conservation de la texture initiale, si bien qu'à 350°C il n'y a plus de macles visibles, mais on devine une forte restauration avec des sous joints bien marqués dans les grains. A 450°C (figures 6.11 et 6.13) le matériau est entièrement recristallisé, avec de petits grains et de gros grains, tout en gardant la texture initiale.

La transition entre maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  et déformation par glissement se traduit par une évolution des CRSS avec la température, seul le glissement pyramidal II peut concurrencer le maclage de traction. On en déduit qu'à basse température, le maclage de

traction est plus facile que le glissement pyramidal II (  $CRSS\{10\bar{1}2\} < CRSS$  pyramidal II ), alors qu'à haute température c'est l'inverse.

Pour la présentation des simulations numériques, nous rappelons que les CRSS sont données dans l'ordre suivant : glissement basal, prismatique, pyramidal I, pyramidal II, maillage  $\{10\bar{1}2\}$  de traction,  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}3\}$  de compression, soit 7 numéros.

A basse température, pour favoriser le maillage de traction, nous sommes obligé de baisser la CRSS du maillage  $\{10\bar{1}2\}$  par rapport aux systèmes de glissement. Plusieurs simulations ont été faites pour modéliser ce comportement : les simulations avec le modèle « pancake » ( $\epsilon_{xz}$  et  $\epsilon_{yz}$  libres) donnent une étrange répartition de  $\bar{c}$  dans le plan ND-RD, c'est à dire une séparation en 3 zones distinctes autour de RD avec les axes soit parallèles à RD, soit à  $30^\circ$  de RD vers ND. Dans tous les cas le maillage est sous estimé car dans la simulation on déforme autant la macule que la matrice, donc même avec  $CRSS = 1\ 5\ 8\ 6\ 1\ 8\ 9$ , les grains ne sont pas complètement maillés après 10% de déformation. Pour cette raison dans la simulation (figure 6.15) avec le modèle « Taylor FC » la déformation est surestimée à 15%, pour faire disparaître le plus possible la partie parente des grains. Les simulations qui donnent les figures de pôles les proches de l'expérience sont obtenues avec le modèle « Taylor FC ».

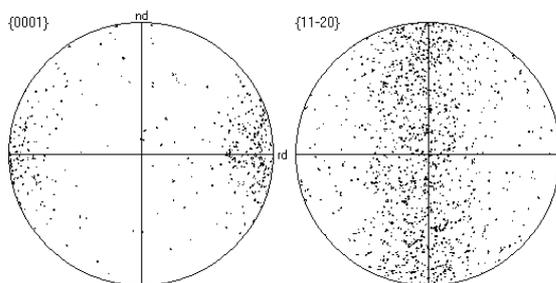


Figure 6.14 : texture de P initiale pour simulations

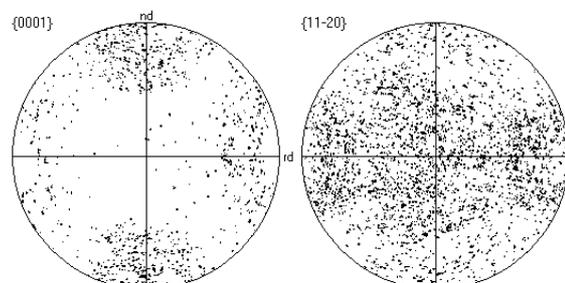


Figure 6.15 : figure de pôles simulée, 15%, modèle de Taylor FC,  $CRSS = 1\ 5\ 8\ 6\ 2\ 7\ 8$

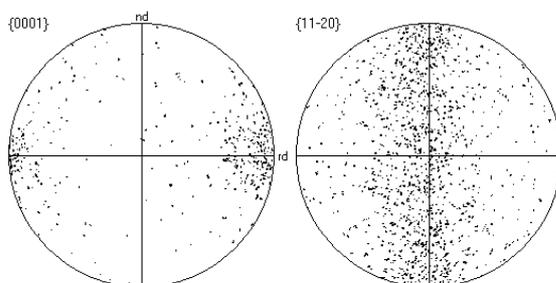


Figure 6.16 : figure de pôles simulée, 10%, modèle de Taylor FC,  $CRSS = 1\ 2\ 8\ 3\ 4\ 7\ 8$

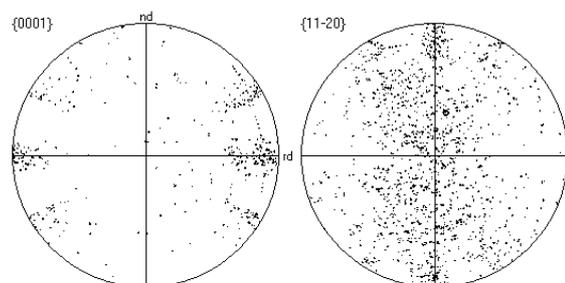


Figure 6.17 : figure de pôles simulée, 10%, modèle pancake,  $CRSS = 1\ 2\ 8\ 3\ 4\ 7\ 8$

Plusieurs simulations ont été faites pour modéliser le comportement à 350°C (figures 6.16 et 6.17) : avec  $CRSS = 1\ 2\ 8\ 3\ 4\ 7\ 8$  on obtient de bons résultats avec le modèle « Taylor FC », mais avec le modèle « pancake » on a toujours une étrange distribution de  $\bar{c}$  dans ND-RD. Les simulations avec  $CRSS = 1\ 3\ 8\ 4\ 5\ 7\ 8$  donnent du maillage de traction avec tous les modèles. Quand nous privilégions le glissement pyramidal I à la place du glissement prismatique, nous obtenons les mêmes textures.

### 3) Echantillons Q

Pour les échantillons Q, la compression se fait dans une direction proche de l'axe  $\bar{c}$  des grains, ce qui est une texture très dure, et les grains devraient se déformer soit par maillage de compression, soit par glissement pyramidal II (figures 6.18 à 6.29). En effet les contraintes d'écoulement sont 2 ou 3 fois supérieures à celles de l'orientation P.

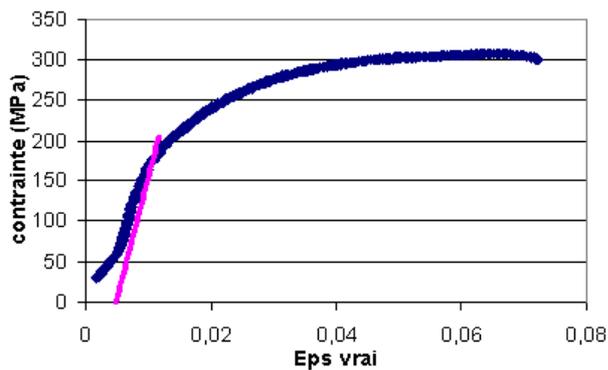


Figure 6.18 : courbe contrainte-déformation de Q5 déformé à 25°C de 0.123 avec rupture

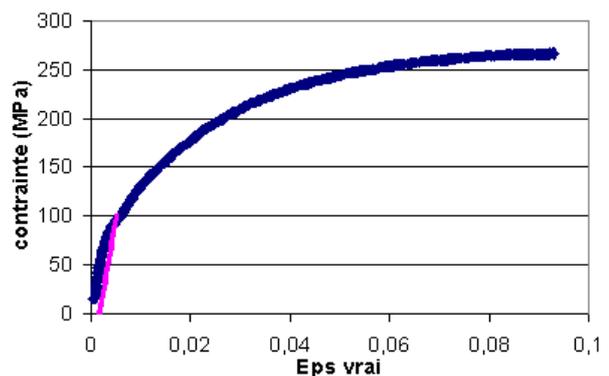


Figure 6.19 : courbe contrainte-déformation de Q1 déformé à 150°C de 0.097

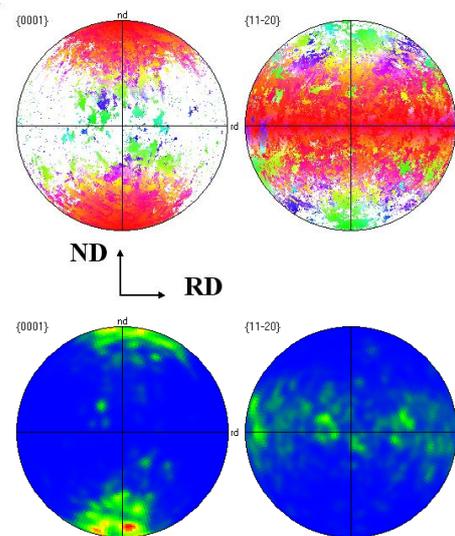
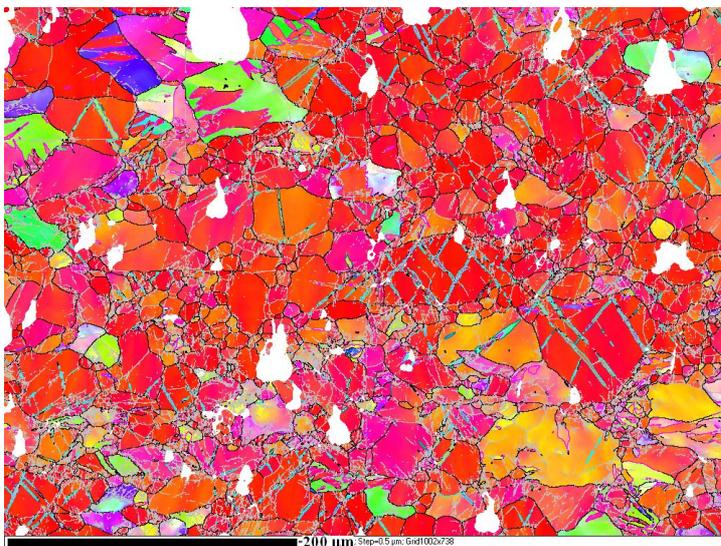


Figure 6.20 : carte et figure de pôles de Q1 à 150°C de 0.097

Pour évaluer la performance du programme à prédire les bonnes variantes de macles, nous avons relevé sur quelques gros grains (notés P1 à P8 sur la figure 6.20) l'orientation du grain et des macles qui s'y trouvaient, puis nous avons analysé et identifié ces macles comme nous l'avions fait sur les monocristaux, en tenant compte de leur orientation et de leur inclinaison. Puis nous comparons les variantes observées avec les variantes données par le programme.

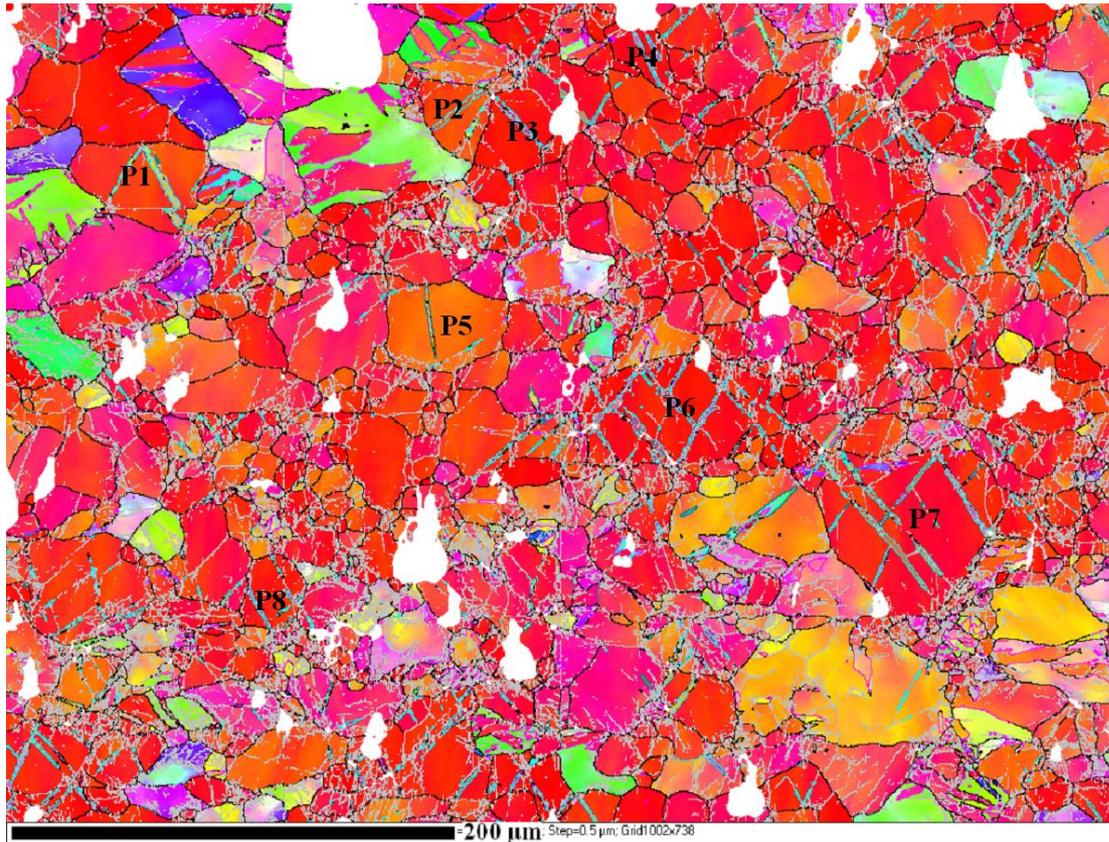


Figure 6.21 : carte de Q1 avec les grains étudiés

Pour l'identification des grains (tableau 6.2), les variantes des macles  $\{10\bar{1}2\}$  sont notées de A1 à A6 (le numéro est donné par le programme, et dépend de l'orientation initiale), les macles  $\{10\bar{1}1\}$  sont notés de B1 à B6 et les macles  $\{10\bar{1}3\}$  sont notés de C1 à C6 ; une macle nommé b1a5 est donc une double macle de compression de type  $\{10\bar{1}1\} \{10\bar{1}2\}$ . Les symboles \ et / précisent l'inclinaison de la macle considéré sur la carte EBSD. Nous avons aussi regardé le facteur de Schmidt de chaque macle, et par exemple pour une macle de compression  $\{10\bar{1}1\}$  nous comparons la composante selon Z des facteurs de Schmid de cette macle avec celle des autres variantes. Le classement de ces facteurs, en valeur absolue, donne

un numéro de 1 (le plus grand) à 6 (le plus petit). Dans le cas du double maclage, le premier numéro (dans la colonne N° SF) correspond à la macle  $\{10\bar{1}1\}$  et le second à la macle  $\{10\bar{1}2\}$ .

grain	Orientation observée			identification	Orientation théorique			N° SF	Plan macle	
	Phi1	PHI	Phi2		Phi1	PHI	Phi2		RD	ND
1	15	19	59	p	15	19	59			
m \	81	40	59	b2a6	81	42	59	4-2	0.9	0.44
m /	123	137	59	b1a5	127	139	59	3-2	-0.82	0.45
2	166	20	3	p	166	20	3			
m/	117	158	5	b6a5	117	159	5	1-2	-0.53	0.71
m/	55	136	59	b4a5	54	139	59	3-2	-0.83	0.46
3	83	172	49	p	83	172	49			
m\	62	33	23	b5a6	60	30	35	1-2	0.72	0.58
4	40	8	32	p	40	8	32			
m\	93	45	39	b2a6	94	42	41	4-4	0.9	0.41
5	74	26	57	p	74	26	57			
m	18	148	0	B3	24	144	6	5	0.71	0.1
6	39	174	53	p	39	174	53			
m\	81	35	21	b3a6	81	33	23	2-4	0.82	0.54
m/	72	137	24	b4a5	72	137	25	5-2	0.88	-0.39
7	14	168	32	p	14	168	32			
m\	86	32	10	b3a6	88	33	11	2-2	0.81	0.56
m\	137	46	21	b1a6	144	44	15	4-5	0.63	0.37
m/	115	148	9	b2a5	116	147	10	3-2	0.68	-0.55
8	24	10	18	p	24	10	18			
m\	64	45	39	b2a6	64	45	41	5-2	0.87	0.36

Tableau 6.2 : identification des grains et des macles

Nous avons fait quelques simulations (tableaux 6.3 et 6.4), en utilisant volontairement des CRSS qui favorisent le maclage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  au dépend des autres systèmes de déformation. Nous rappelons que les macles A5 et A6 sont très proches.

grain	Orientation	Macles observées	Macles programme
1	15 19 59	b1a5 b2a6	b1a3
2	166 20 3	b4a5 b6a5	b4a2
3	83 172 49	b5a6	A2
4	40 8 32	b2a6	b1a3
5	74 26 57	B3	A1
6	39 174 53	b3a6 b4a5	b3a3
7	14 168 32	b1a6 b2a5 b3a6	b3a3
8	24 10 18	b2a6	b1a2

Tableau 6.3 : comparaison des observations avec le programme, modèle « channel-die », CRSS = 1 6 6 8 2 4 5

Le modèle « channel die » a bien du mal à prédire les macles pour ces polycristaux. Par contre généralement les macles prédits par le modèle « Taylor FC » font partie des macles observées. Ce modèle est donc le meilleur dont nous disposons.

grain	Orientation	Macles observées	Macles programme
1	15 19 59	b1a5 b2a6	b1a5 b2a5 b6a5
2	166 20 3	b4a5 b6a5	b3a5 b4a5 b6a5
3	83 172 49	b5a6	b3a5 B4 b5a5 B6
4	40 8 32	b2a6	b1a5 b2a5 b6a5
5	74 26 57	B3	b4a5 b6a5
6	39 174 53	b3a6 b4a5	B1 B2 b3a5 b4a5
7	14 168 32	b1a6 b2a5 b3a6	B1 b2a5 b3a5 b4a5
8	24 10 18	b2a6	b1a5 B2 B3 B4

Tableau 6.4 : comparaison des observations avec le programme, modèle « Taylor FC », CRSS = 1 6 6 8 2 4 5

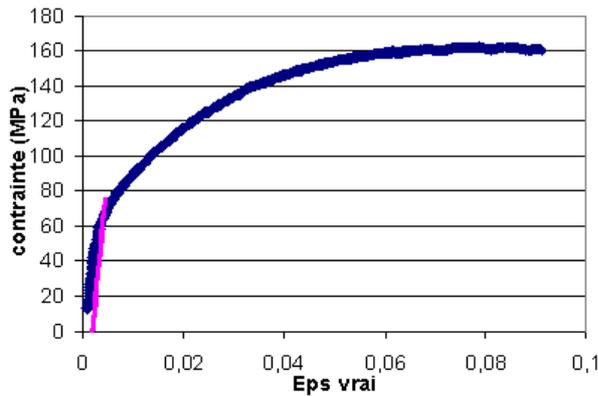


Figure 6.22 : courbe contrainte-déformation de Q2 déformé à 250°C de 0.104

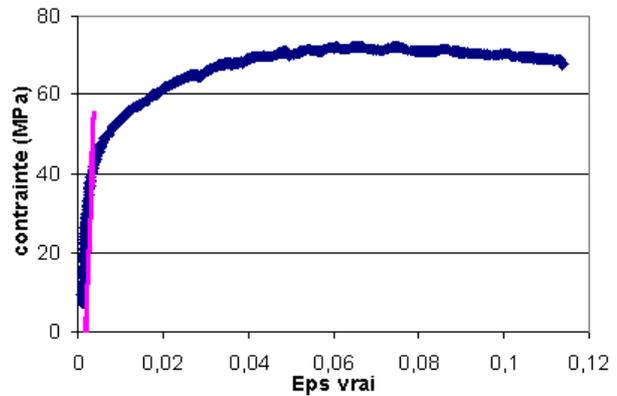


Figure 6.23 : courbe contrainte-déformation de Q3 déformé à 350°C de 0.111

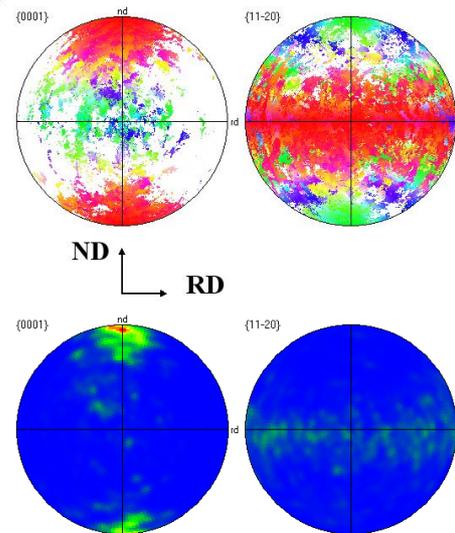
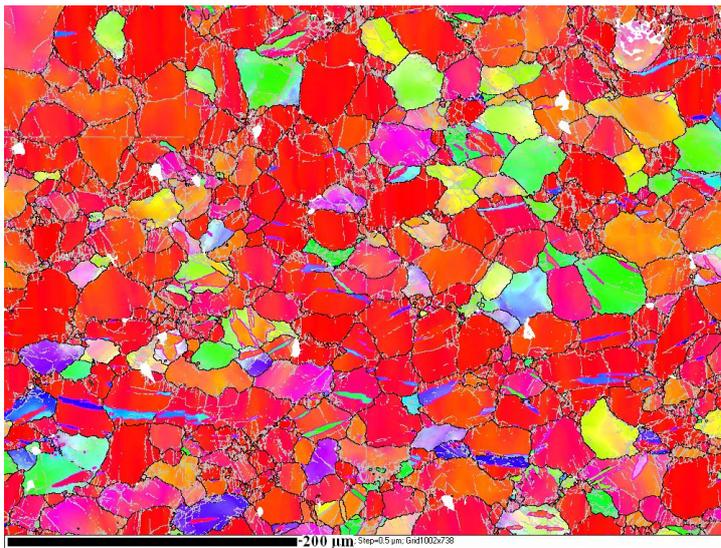


Figure 6.24 : carte et figure de pôles de Q2 à 250°C de 0.104

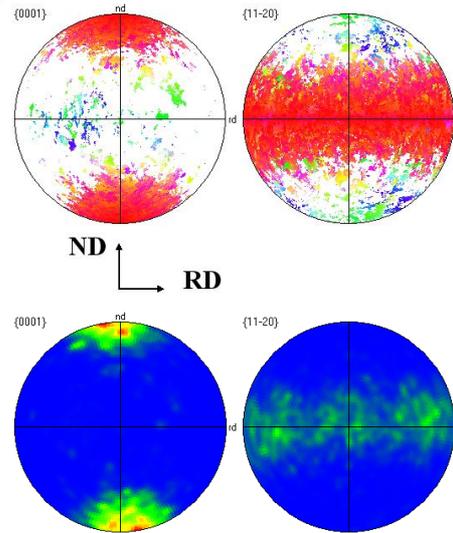
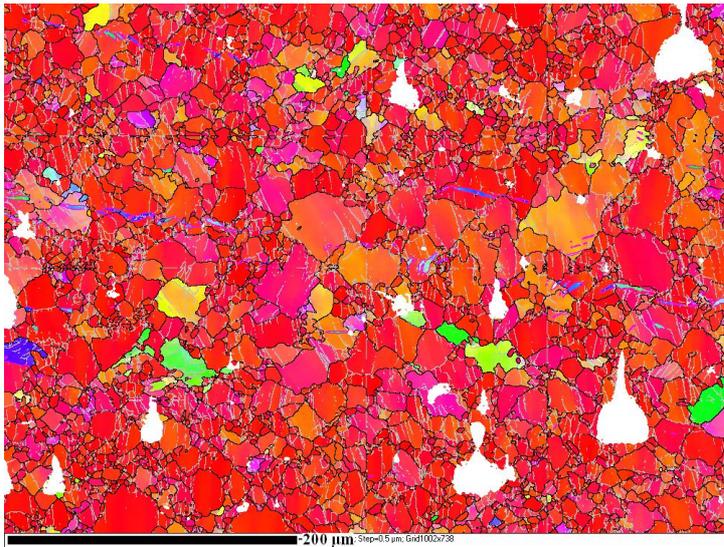


Figure 6.25 : carte et figure de pôles de Q3 à 350°C de 0.111

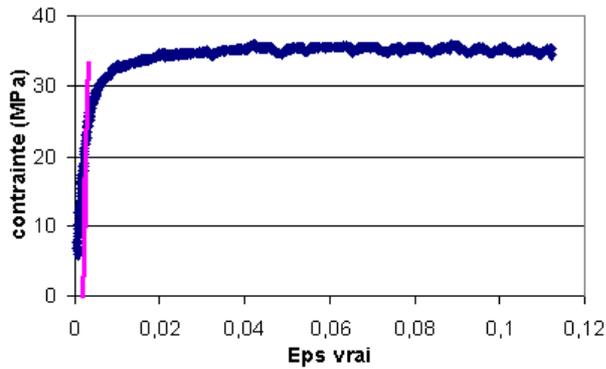


Figure 6.26 : courbe contrainte-déformation de Q4 déformé à 450°C de 0.119

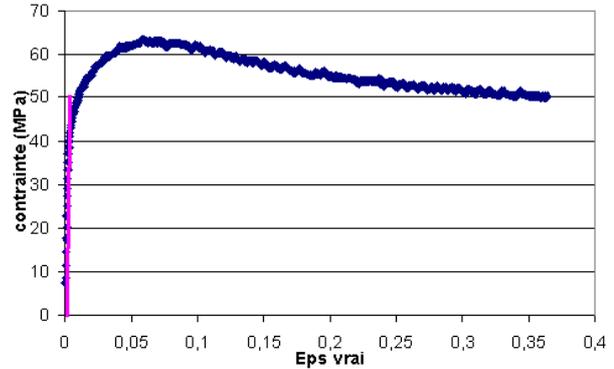


Figure 6.27 : courbe contrainte-déformation de Q7 déformé à 350°C de 0.354

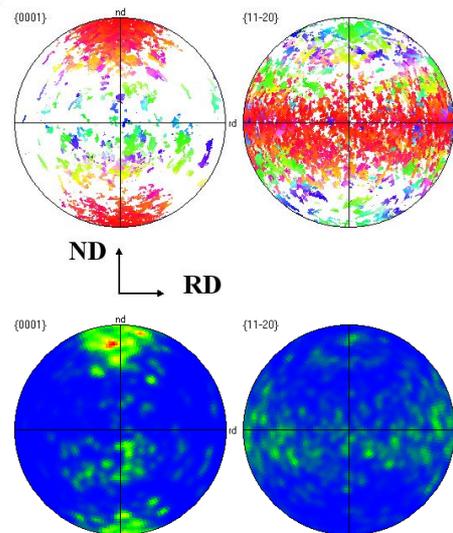
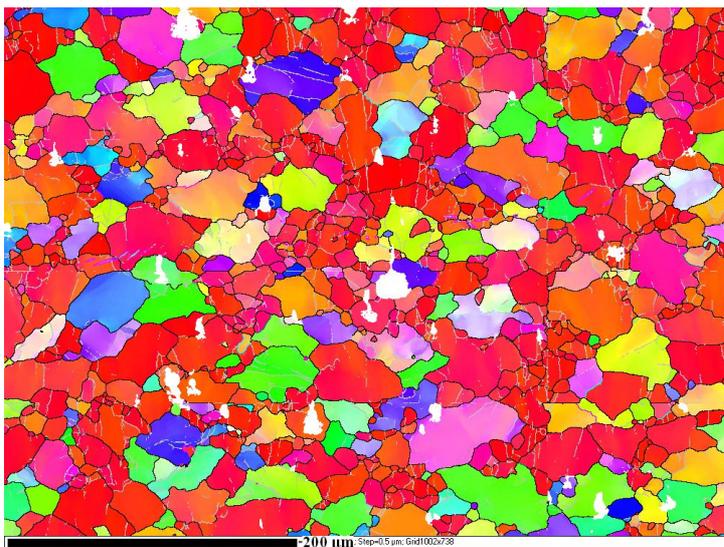


Figure 6.28 : carte et figure de pôles de Q4 à 450°C de 0.119

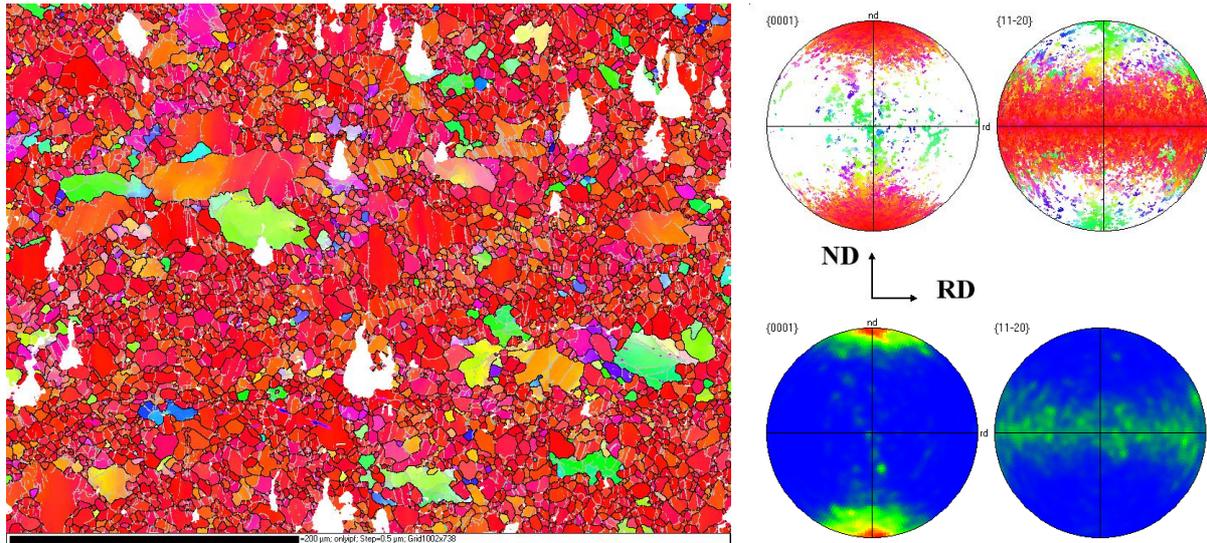


Figure 6.29 : carte et figure de pôles de Q7 à 350°C de 0.354

Nous observons de nombreuses doubles macles de compression de type  $\{10\bar{1}1\}$   $\{10\bar{1}2\}$  à 150°C, il y en a certainement eu à 25°C et ils ont provoqué la rupture précoce de l'échantillon. A 250°C (figure 6.24) on observe quelques macles de traction  $\{10\bar{1}2\}$  dans des grains d'orientation molle. La carte de l'échantillon déformé à 450°C (figure 6.29) nous fait dire qu'il y a peut-être eu croissance privilégiée des grains d'orientation molle, puisqu'ils forment une sous structure plus importante que dans le matériau de base.

Dans les simulations, nous choisissons pour modéliser le comportement à 150°C une CRSS du glissement pyramidal II bien supérieure à la CRSS du maillage de compression  $\{10\bar{1}1\}$ , car lorsque les deux CRSS sont proches, certains grains se déforment avec maillage et d'autres uniquement avec du glissement.

La simulation de la texture avec CRSS = 1 5 8 6 2 7 8 donne de bons résultats avec le modèle « Taylor FC » (figure 6.31), des doubles macles de compression, mais une texture basale un peu trop faible avec une grande dispersion de  $\bar{c}$  autour de ND. Les simulations avec le modèle « pancake » (figure 6.3) génèrent une texture sans axe  $\bar{c}$  autour de ND, et quasiment pas de maillage de compression avec ces CRSS, mais une moins grande dispersion des axes  $\bar{c}$  qui se regroupent autour d'un cône axé sur ND.

Les simulations effectuées pour de hautes températures (figure 6.32), avec CRSS = 1 2 8 3 4 7 8, excluent toutes les macles de compression. Le modèle « Taylor FC » donne encore une texture basale autour de ND très dispersée, alors que le modèle « pancake » rapproche dans le plan RD-ND les axes  $\bar{c}$  vers ND parallèlement à RD, sans qu'il n'y ait de rotation

significative de  $\bar{c}$  autour de RD vers ND ; mais interdit aux axes  $\bar{c}$  d'être parallèles avec ND, formant un vide autour de ND.

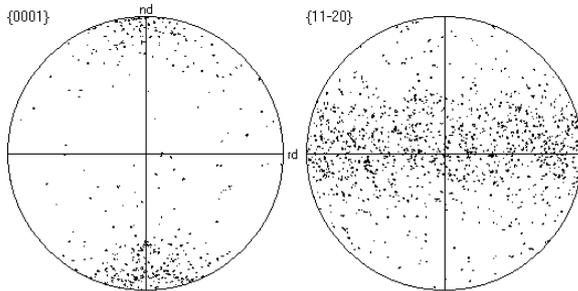


Figure 6.30 : Q initiale pour simulations

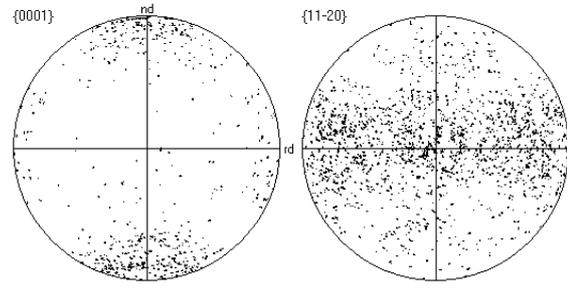


Figure 6.31 : figure de pôles simulée, 10%, modèle de Taylor FC, CRSS = 1 5 8 6 2 7 8

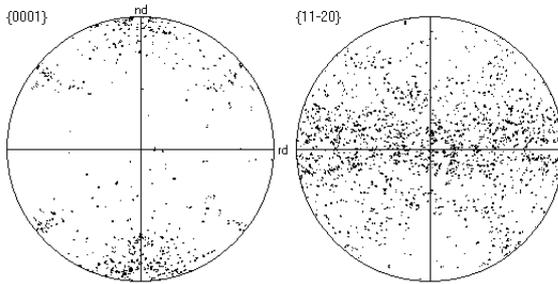


Figure 6.32 : figure de pôles simulée, 10%, modèle pancake, CRSS = 1 5 8 7 2 6 8

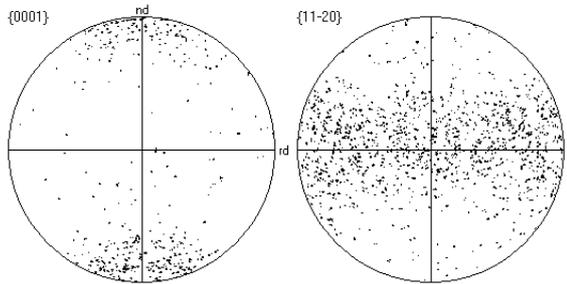


Figure 6.33 : figure de pôles simulée, 10%, modèle de Taylor FC, CRSS = 1 2 8 3 4 7 8

#### 4) Echantillons R

Pour les échantillons R, l'axe  $\bar{c}$  de la plupart des grains est proche de TD, les grains ont donc une orientation assez dure, et on s'attend soit à une déformation par maillage multiple de traction et de compression, comme pour les monocristaux déformés à basse température, soit à ce que le glissement prismatique ou pyramidal I (notre étude ne permet pas de les distinguer) soit activé. Les observations montrent que ces systèmes de glissement secondaires sont activés, et qu'ils conduisent à une modification de la texture : un des axes  $[11\bar{2}0]$  s'aligne avec ND, générant une texture stable déjà observée sur les monocristaux et par d'autres auteurs.

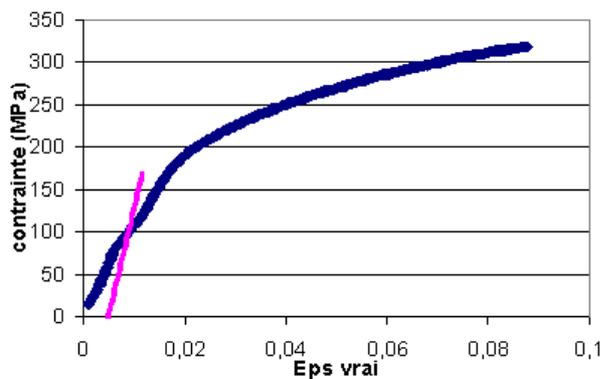


Figure 6.34 : courbe contrainte-déformation de R5 déformé à 25°C de 0.089

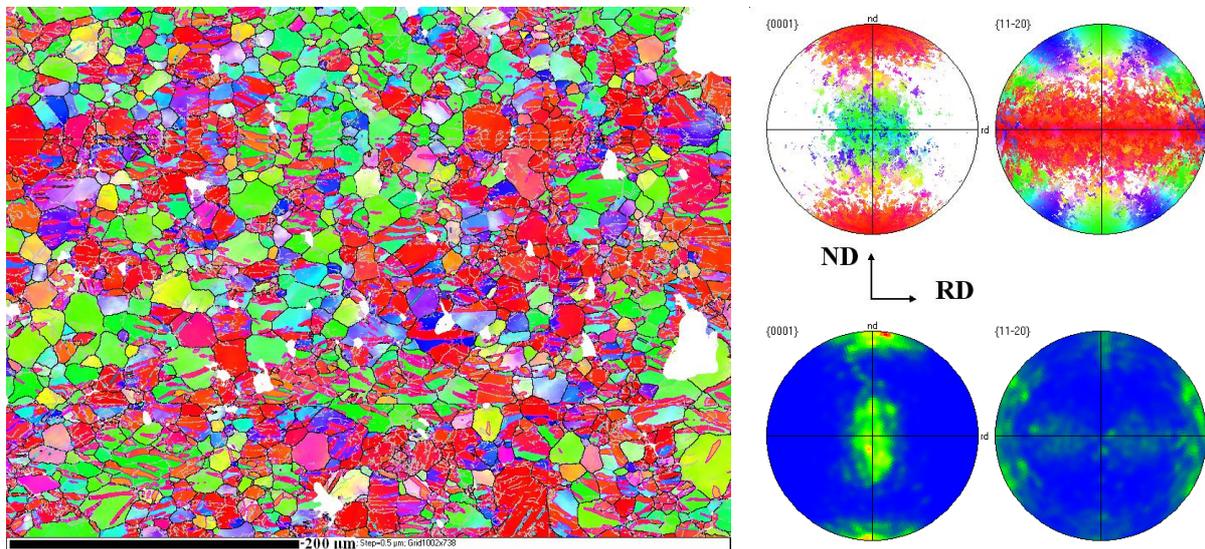


Figure 6.35 : carte et figure de pôles de R5 à 25°C de 0.089

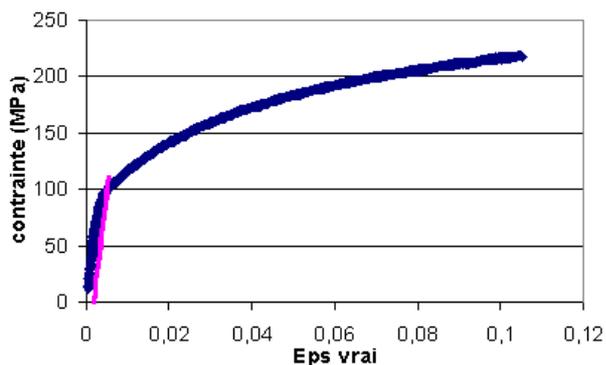


Figure 6.36 : courbe contrainte-déformation de R1 déformé à 150°C de 0.103

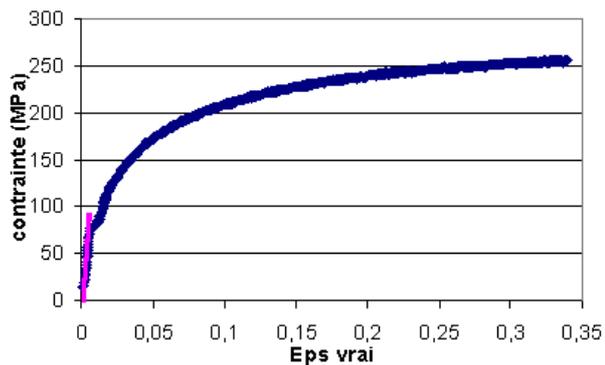


Figure 6.37 : courbe contrainte-déformation de R6 déformé à 150°C de 0.331

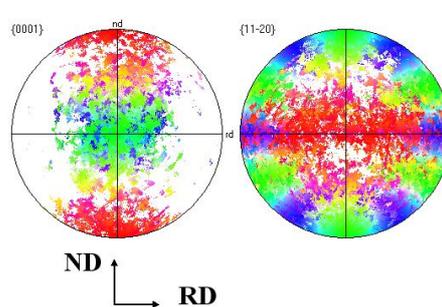
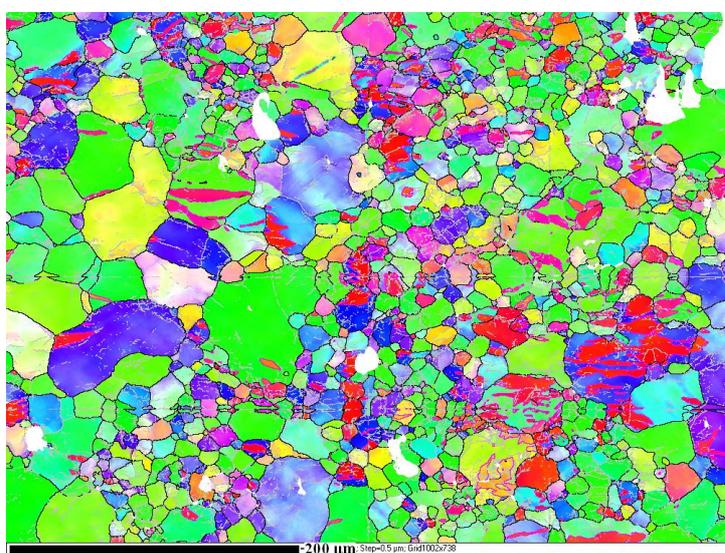


Figure 6.38 : carte et figure de pôles de R1 à 150°C de 0.103

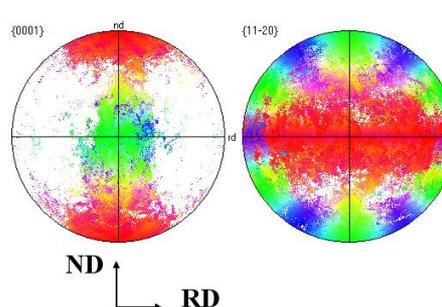
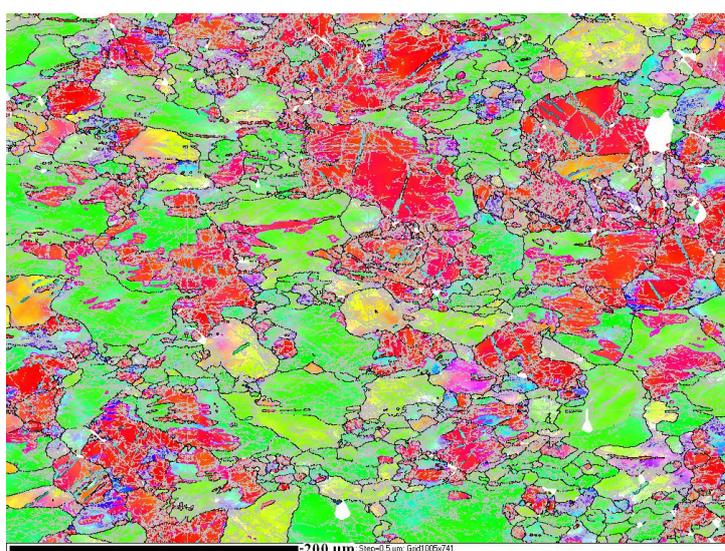
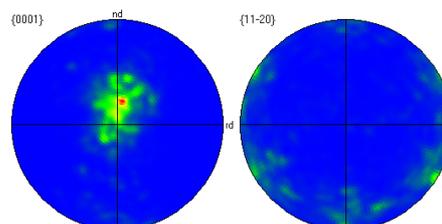
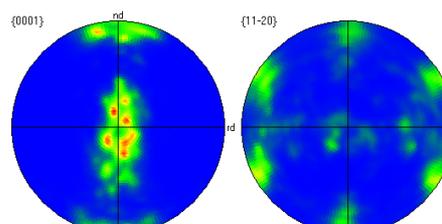


Figure 6.39 : carte et figure de pôles de R6 à 150°C de 0.331



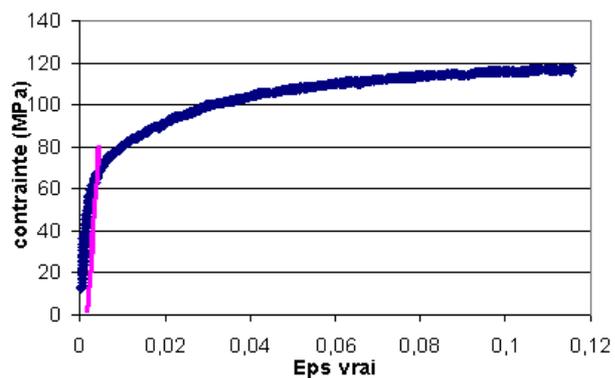


Figure 6.40 : courbe contrainte-déformation de R2 déformé à 250°C de 0.113

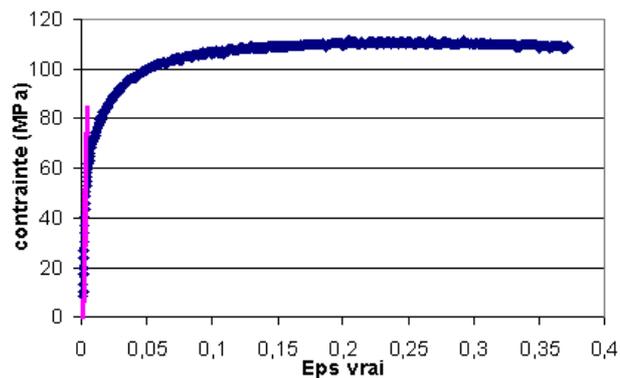


Figure 6.41 : courbe contrainte-déformation de R12 déformé à 250°C de 0.376

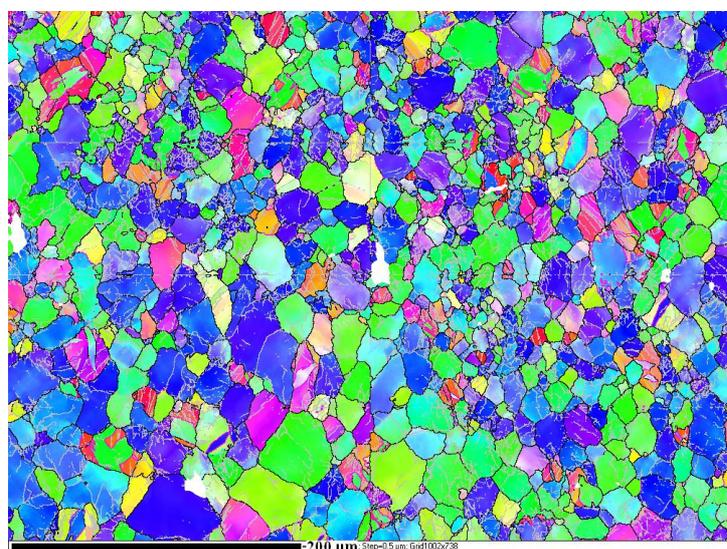


Figure 6.42 : carte et figure de pôles de R2 à 250°C de 0.113

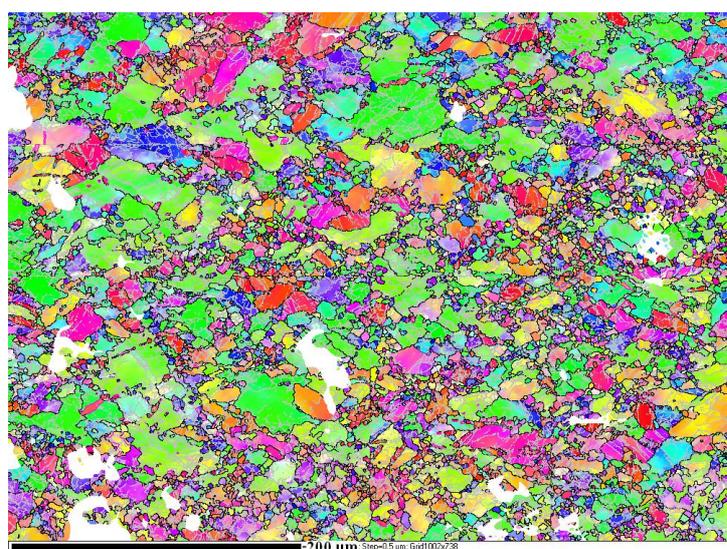
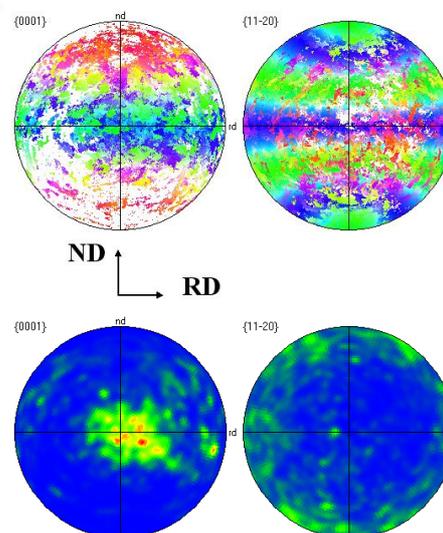
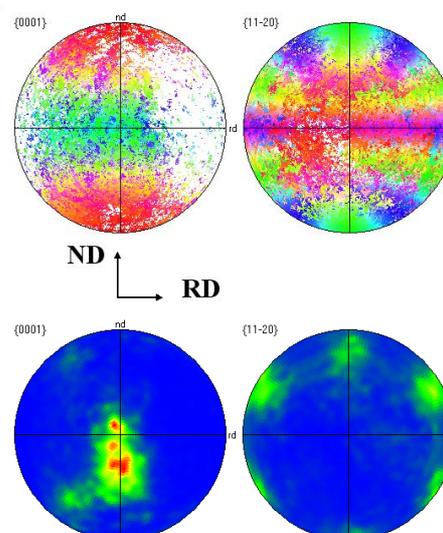


Figure 6.43 : carte et figure de pôles de R12 à 250°C de 0.376



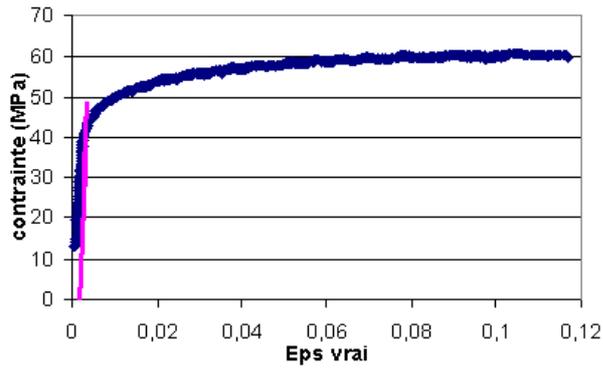


Figure 6.44 : courbe contrainte-déformation de R3 déformé à 350°C de 0.117

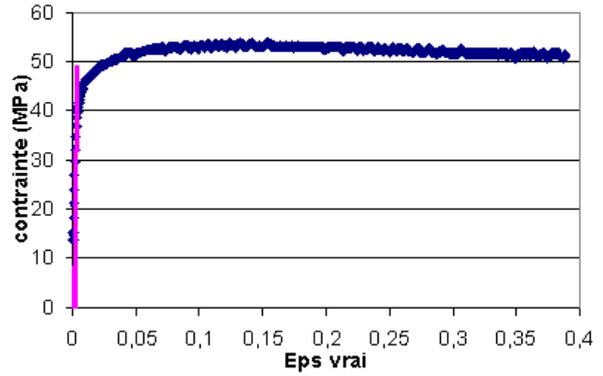


Figure 6.45 : courbe contrainte-déformation de R7 déformé à 350°C de 0.396

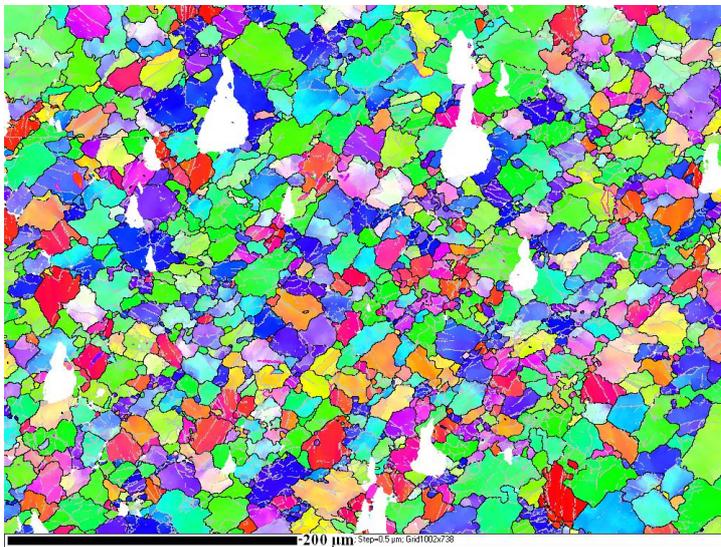


Figure 6.46 : carte et figure de pôles de R3 à 350°C de 0.117

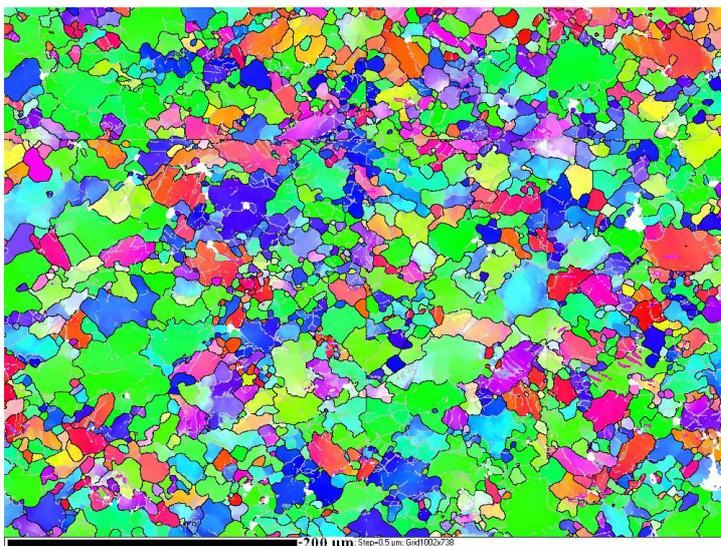
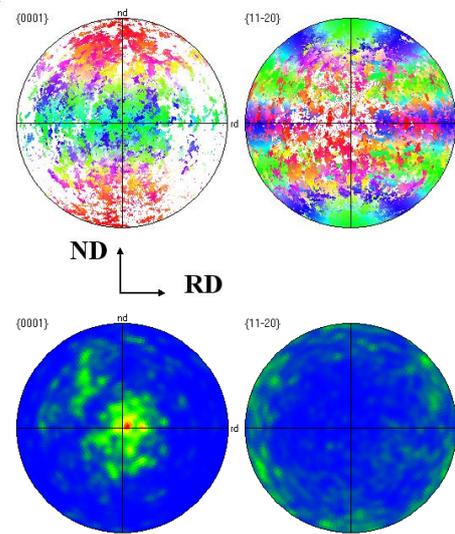
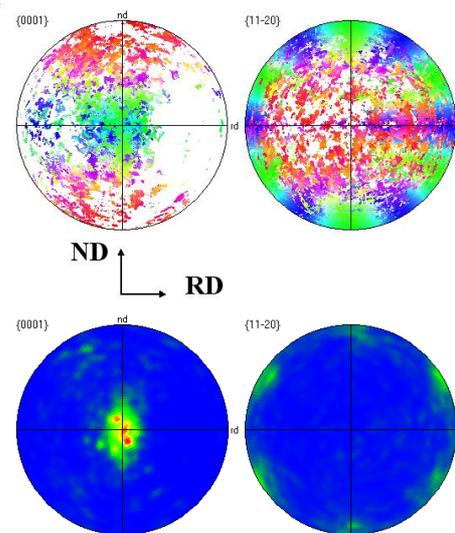


Figure 6.47 : carte et figure de pôles de R7 à 350°C de 0.396



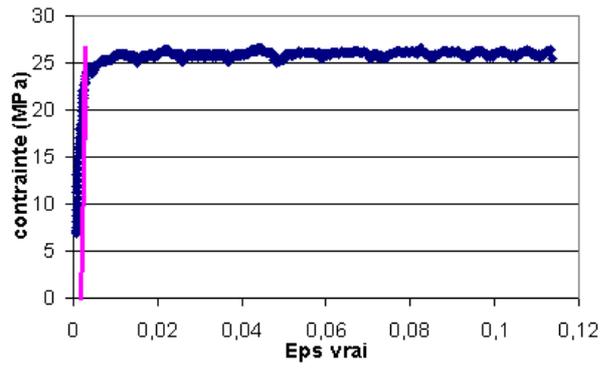


Figure 6.48 : courbe contrainte-déformation de R4 déformé à 450°C de 0.134

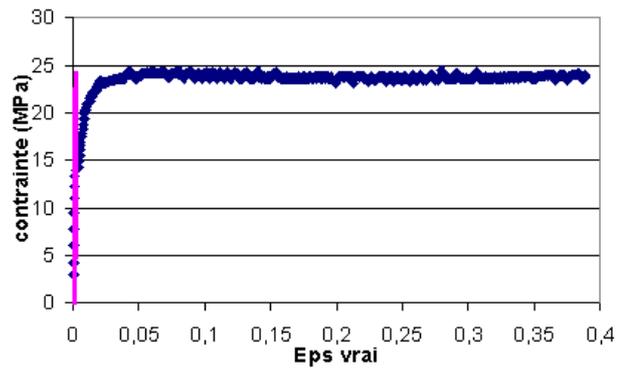


Figure 6.49 : courbe contrainte-déformation de R11 déformé à 450°C de 0.386

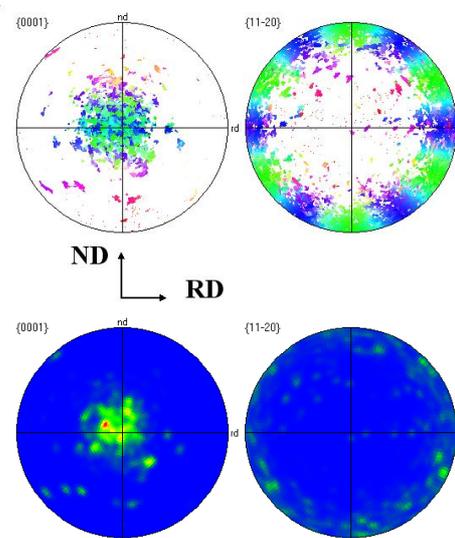
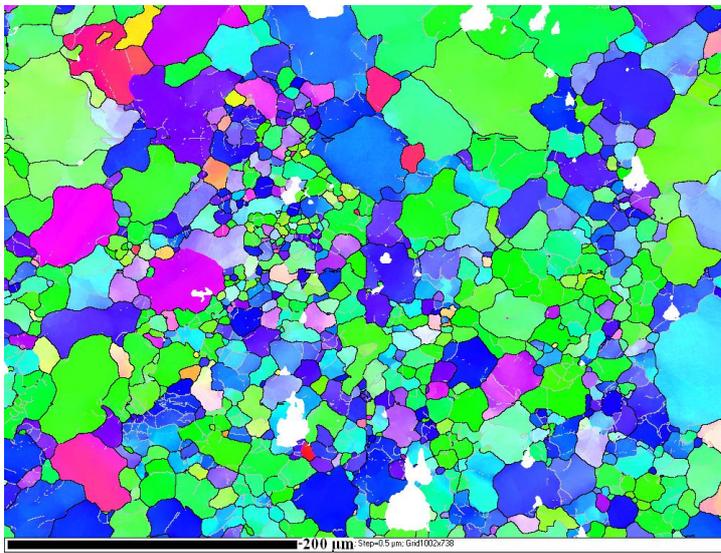


Figure 6.50 : carte et figure de pôles de R4 à 450°C de 0.134

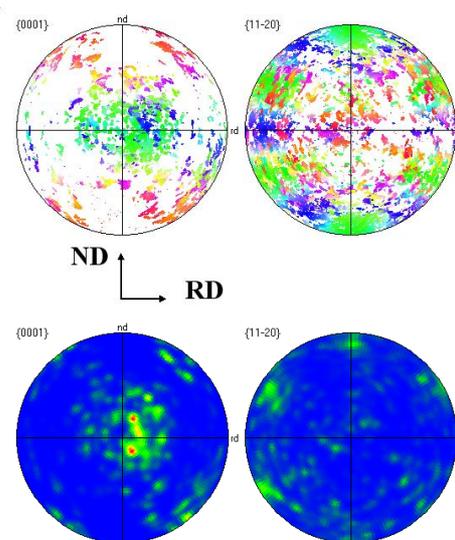
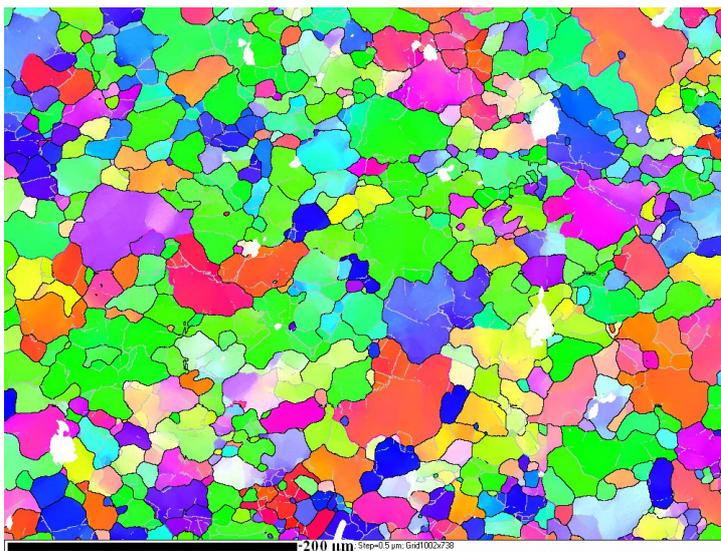


Figure 6.51 : carte et figure de pôles de R11 à 450°C de 0.386

A basse température (25 et 150°C) (figures 6.34 à 6.39) de nombreux grains subissent du maillage de traction alors que leur orientation et la contrainte selon TD devrait les en empêcher, donc soit le channel-die autorise une légère extension selon TD (par exemple si les échantillons sont moins larges que la largeur du channel-die), soit les grains qui maillent arrivent à pousser selon TD les autres grains, et le fait que l'on observe plus de grains maillés (en rouge) à 30% de déformation nous fait privilégier cette seconde hypothèse. Le fait que même à 150°C les grains tournent vers l'orientation stable avec un des axes  $[11\bar{2}0]$  aligné avec ND prouve que le glissement prismatique (ou pyramidal I) est actif aux faibles températures. A plus haute température (figures 6.40 à 6.51) il y a recristallisation : on peut voir un début de recristallisation sur l'échantillon déformé à 250°C de plus de 30%.

Les simulations à basse température, où nous essayons d'avoir du maillage de traction et une rotation autour de TD, donnent de bons résultats avec  $CRSS = 1\ 5\ 8\ 6\ 2\ 7\ 8$  (figure 6.53). Le maillage de traction donne la composante de texture basale, systématiquement moins marquée que dans l'expérience, mais avec le modèle « pancake » cette composante est plus resserrée autour de ND qu'avec le modèle « Taylor FC ». A toutes températures pour 30 % de déformation les axes  $\bar{c}$  de la texture initiale se sont rapprochés du plan ND-TD et un des trois axes  $[11\bar{2}0]$  s'aligne avec ND, formant la texture caractéristique observée lors d'une traction normale à  $\bar{c}$ . Nous avons aussi effectué des simulations privilégiant le glissement pyramidal I à la place du glissement prismatique ( $CRSS = 1\ 8\ 2\ 3\ 4\ 7\ 8$ ), nous obtenons les mêmes textures.

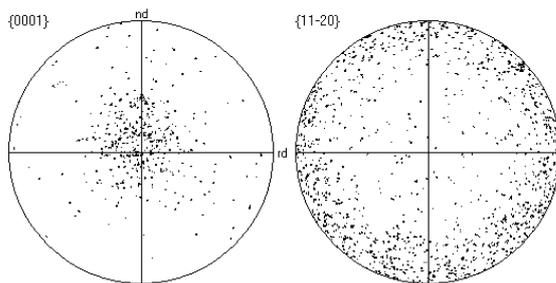


Figure 6.52 : R initiale pour simulations

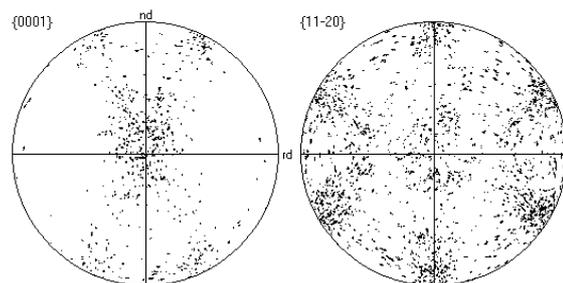


Figure 6.53 : figure de pôles simulée, 30%, modèle de Taylor FC,  $CRSS = 1\ 5\ 8\ 6\ 2\ 7\ 8$

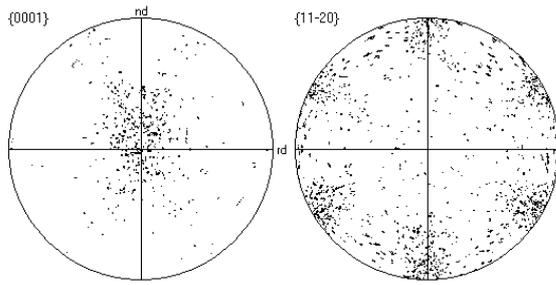


Figure 6.54 : figure de pôles simulée, 30%, modèle de Taylor FC, CRSS= 1 2 8 3 4 7 8

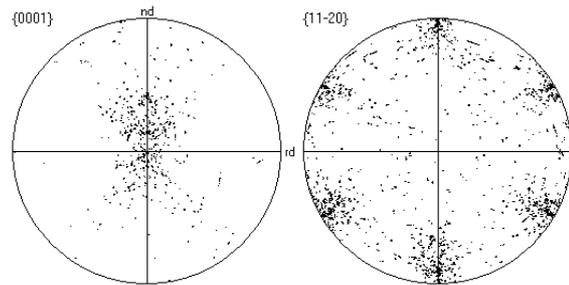


Figure 6.55 : figure de pôles simulée, 30%, modèle pancake, CRSS= 1 8 2 3 4 7 8

## 5) Synthèse

Nous résumons (tableau 6.5) les limites d'élasticité et les contraintes de déformation expérimentales à 0.2 et 1% de déformation, pour tous les échantillons d'alliage AZ31 déformé, regroupé par type d'échantillon et pour chaque température. Bien sûr il est impossible d'essayer d'en déduire directement des CRSS comme nous l'avons fait pour les monocristaux, mais en raisonnant sur le système de déformation actif à une température donnée, on peut en déduire sa CRSS par rapport à la CRSS des autres systèmes actifs à la même température, ou à l'évolution de la CRSS avec la température.

échantillons T (°C)	P {10-12}		Q {10-11} ou pyr_II		R prismatique	
	0.2% (MPa)	1% (MPa)	0.2% (MPa)	1% (MPa)	0.2% (MPa)	1% (MPa)
25	70	75	179	239	110	190
150	65	78	94-84	155-143	100-86	130-122
250	65	78	67	102	68-73	85-86
350	43	55	44-46	57-55	43-45	52-49
450	23	28	29	33	24-21	26-23

Tableau 6.5 : contraintes de déformation à 0.2 et 1 % pour les 3 types d'échantillons

Quand il y a 2 valeurs, la seconde a été prise sur les échantillons déformés de 30%, donc la courbe a moins de points et est légèrement moins précise. Nous nous sommes servi de ces valeurs pour estimer les CRSS à mettre dans les simulations, par exemple pour justifier le fait que le glissement prismatique soit un peu plus facile que le glissement pyramidal II, et le maclage  $\{10\bar{1}2\}$  soit le plus facile à basse température, même si dans les simulations nous avons dû vraiment privilégier ce dernier à basse température pour obtenir la texture basale.



## **Conclusion Générale**

Nous avons élaboré et déformé par compression plane bi-encastrée des monocristaux de magnésium de différentes orientations. Les tests ont été menés systématiquement à 250 et 350°C pour toutes les orientations et à 25, 150, 250, 350 et 450°C pour certaines orientations idéales. En parallèle nous avons développé un code de plasticité cristalline, qui nous permet de prévoir, pour un jeu de CRSS, quels sont les systèmes activés et sous quelles contraintes. En assumant la proportionnalité entre les contraintes et les CRSS dans le programme et dans les expériences, nous avons évalué les CRSS des différents systèmes de déformation sur une gamme importante de températures.

Nous avons rencontré parfois des problèmes expérimentaux, du fait de défauts dans certains échantillons ‘monocristallins’ qui contenaient un ou deux joints de grain. Nous avons essayé d’en tenir compte à partir des mesures par EBSD des orientations locales. De plus nous avons observé que les prévisions des simulations sont souvent imprécises lorsque plusieurs systèmes de déformation sont actifs en même temps, comme par exemple les cristaux (0 90 30) qui, à basse température, se déforment par une combinaison du maclage de traction et de compression  $\{10\bar{1}1\}$ .

En dépit de ces problèmes nous avons établi, en chapitre 5, un jeu de CRSS évaluées pour chaque système en fonction de la température que nous pouvons comparer avec les CRSS issues de la bibliographie (figures 7.1 et 7.2).

D’abord nous considérons que nous avons réussi à évaluer les CRSS du glissement basal et du maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  avec une bonne précision (à 20% près), et sur une gamme importante de températures (de 20 à 450°C).

La CRSS du maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$  varie entre 10 et 6,8 MPa à 150 et 450°C respectivement ; à notre connaissance c’est la première étude de l’influence de la température sur ce type de maclage.

La CRSS du glissement basal varie entre 3,1 MPa à 25°C et 1,6 MPa à 450°C, en passant par 3,6 MPa à 150°C. A titre de comparaison les CRSS du glissement basal pour des monocristaux en glissement simple sont données proches de 0,5 à 0,8 MPa [5 et 9].

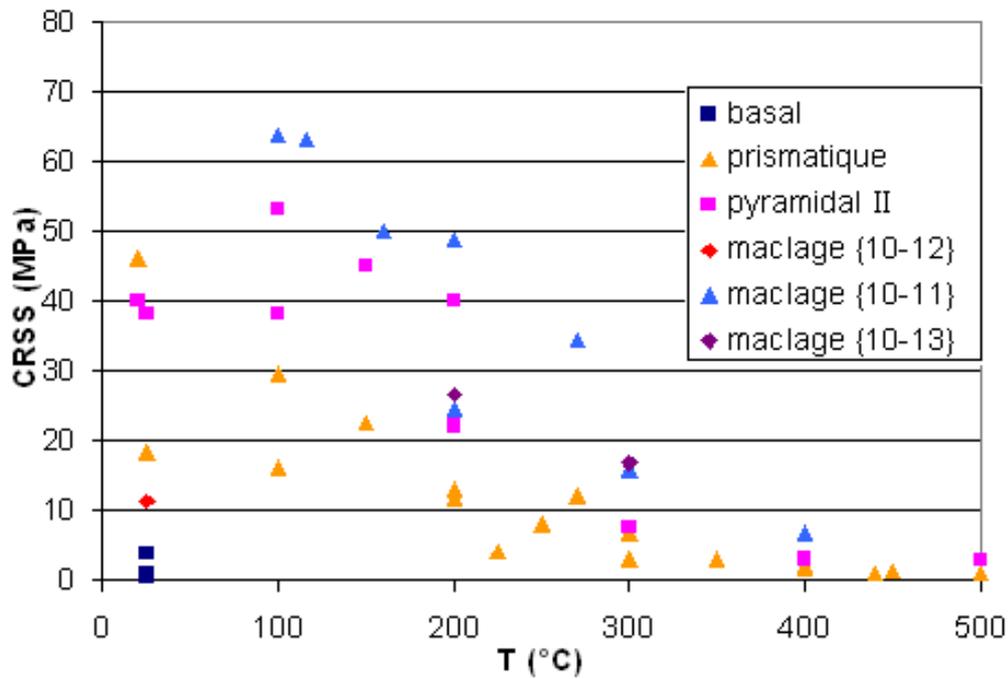


Figure 7.1 : CRSS issues de la bibliographie

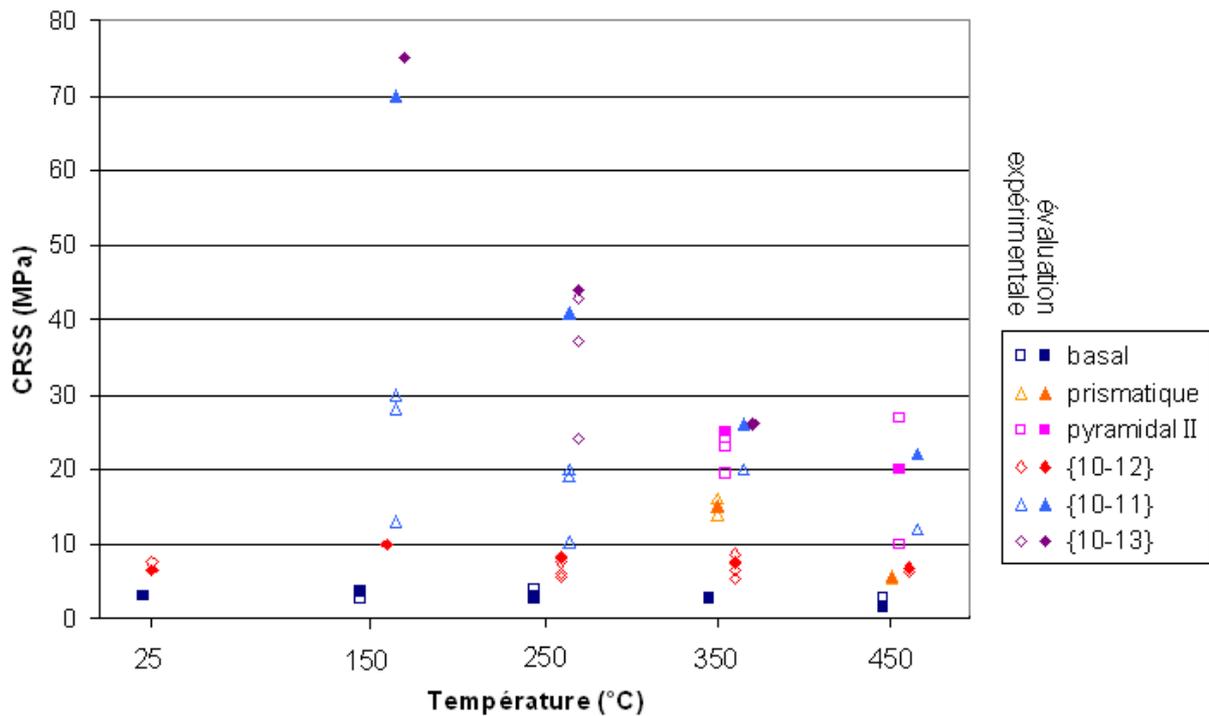


Figure 7.2 : CRSS issues des expériences et évaluées

Clairement il y a une grande différence entre les CRSS des systèmes de glissement que nous avons évalués par compression en channel-die et la plupart des données de la bibliographie évaluées par essais de traction ou compression uniaxiale sur monocristaux. Un autre exemple concerne le glissement prismatique à 350°C où il y a un rapport 7 entre les présentes expériences et celles de Yoshinaga et Horiuchi [9]. Ce problème des CRSS de monocristaux de Mg a été souligné également dans une publication très récente de Hutchinson et Barnett

[45]. Ces derniers font le même constat en comparant les CRSS de monocristaux en glissement simple et les CRSS utilisées en pratique dans les simulations de plasticité cristalline pour estimer les évolutions de texture et d'anisotropie : à l'ambiante il y a une différence d'au moins un ordre de grandeur. Ils proposent que cette différence soit due à l'écroutissage important des premiers stades de déformation, notamment pour le cas de grains en déformations contraintes dans un polycristal. Nos cristaux sont déformés en channel-die dans des conditions qui s'apparentent à ces contraintes et présentent des écroutissages initiaux importants en deçà de 250°C. Rappelons que les CRSS évaluées à 1% de déformation représentent des contraintes de cission pour mettre en mouvement les dislocation en réaction aux contraintes à longue distance des obstacles ('back stress') dans le plan. Nos valeurs de CRSS, établies à 1%, s'approchent donc nettement plus au cas de polycristaux en grandes déformations plastiques.

En résumé, nous regardons ce qui se passe pour un grain dans un polycristal après une certaine déformation plastique, impliquant du glissement et du maclage, et non à l'apparition des premières dislocations, comme par exemple Obara *et al.* [15] dans leur étude du glissement pyramidal II. De plus nous déformons nos monocristaux à la vitesse de 0.1 s<sup>-1</sup>, ce qui est relativement élevée par rapport aux études précédentes.

Nous avons aussi réussi à bien évaluer les CRSS des maclages de compression  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}3\}$ , lesquelles décroissent fortement avec la température. Les CRSS pour le maclage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  sont assez proches des valeurs de Wonziewicz et Backofen [11], également mesurées à partir d'essais de channel-die, jusqu'à 300°C. Nos contraintes d'écoulement à 150 et 250°C pour le maclage  $\{10\bar{1}1\}$  sont légèrement supérieures de 10% environ mais pour des vitesses de déformation plus rapides. Par contre nos CRSS pour le maclage de compression sont 2 fois plus élevées que celles de Yoshinaga et Horiuchi [10] en compression uniaxiale, peut-être pour les mêmes raisons de contraintes locales.

A haute température nous n'avons pas observé le maclage de compression  $\{10\bar{1}1\}$  sur les échantillons où  $\bar{c}$  est contraint selon TD, par exemple (0 90 30) déformés à 350°C. Wonziewicz et Backofen ont constaté le même comportement ; à la température de 270°C les maclages de compression et de traction sont remplacés par le glissement prismatique. Cette orientation était plus molle (aisément déformable) que les échantillons comprimés selon  $\bar{c}$ . Notons également que pour les échantillons (0 90 30) le facteur de Schmid simple (selon Z) pour le maclage  $\{10\bar{1}1\}$  est faible et négatif. Le programme est capable de bien prévoir le

maclage multiple de traction et de compression pour (0 90 30) à basse température mais échoue à bien prédire la contrainte qu'il surévalue.

Les anisotropies mécaniques des monocristaux et des polycristaux sont très sensibles à la température. Lorsque l'on regarde les contraintes nécessaires pour déformer les monocristaux, on s'aperçoit qu'il y a un rapport très grand entre les différentes orientations. Par exemple, à l'ambiante les contraintes (à 1% de déformation) s'échelonnent entre quelques MPa à plus de 150 MPa. Même à 250°C les contraintes observées vont de 14 MPa pour (90 15 30) et 17 MPa pour (90 90 30) à 110 MPa pour (30 0 0), soit un rapport 7. En comparaison les contraintes d'écoulement des alliages texturés déformés à l'ambiante vont de 75 à 240 MPa, et à 250°C de 78 à 102 MPa, soit seulement 30% de différence. Nous pensons que cette différence reflète d'une part la dispersion des orientations dans le polycristal texturé, et d'autre part une contribution plus importante de l'écrouissage isotrope dans ces derniers.

De plus, à chaud (250°C), on constate une tendance au glissement pyramidal II dans les polycristaux qu'on ne trouve pas dans les monocristaux. Par exemple l'échantillon Q orienté pour compression selon  $\bar{c}$  ne présente pas de macles de compression, et s'est donc déformé par glissement. Un monocristal (30 0 0) pour compression selon  $\bar{c}$  se déforme par maclage de compression à 250°C, bien qu'à températures plus élevées il y a du glissement pyramidal II. Deux effets peuvent intervenir : l'effet d'alliage dont les éléments en solutés modifient les CRSS, et l'effet de concentration de contraintes. Ces deux effets contribuent à regrouper les CRSS des différents systèmes autour d'une valeur moyenne, mais la CRSS du glissement pyramidal II reste plus élevée que la CRSS du maclage de traction  $\{10\bar{1}2\}$ .

## **Bibliographie**

- [1] N. Cheneau-Späth, “Comportement de monocristaux et de polycristaux de métaux hexagonaux en grandes déformations plastiques : compression plane du titane et du magnésium”, thèse soutenue le 20 mars 1996 à l’ENSM-SE
- [2] H. Francillette, “Etude expérimentale et numérique des évolutions de textures du zirconium 702  $\alpha$  au cours du laminage et de la compression plane à la température ambiante”, thèse soutenue le 7 janvier 1997 à l’Université Paris-Nord
- [3] R. Von Mises, “Mechanik der plastischen formänderung von kristallen”, Z. Angew. Math. Mech., 8, 161-185 (1928)
- [4] E. Schmid et W. Boas, “Plasticity of Crystals”, London : Hughes (1936)
- [5] E.C. Burke et W.R. Hibbard, “Plastic Deformation of Magnesium Single Crystals”, Transaction AIME, Journal of metals-295 (1952)
- [6] R.E. Reed-Hill et W.D. Robertson, “Pyramidal Slip in Magnesium”, Transactions of The Metallurgical Society of AIME, p256 (1958)
- [7] R.E. Reed-Hill, “A Study of the {10-11} and {10-13} Twinning Modes in Magnesium”, Transactions of The Metallurgical Society of AIME, vol. 218, p. 554 (1960)
- [8] P.W. Flynn, J. Mote et J.E. Dorn, “On The Thermally Activated mechanism of Prismatic Slip in Magnesium Single Crystals”, Transactions of The Metallurgical Society of AIME, vol. 221, p. 1148 (1961)
- [9] H. Yoshinaga et R Horiuchi, “On the Nonbasal Slip in Magnesium Crystal”, Trans. JIM vol. 5, (1963)
- [10] H. Yoshinaga et R Horiuchi, “Deformation Mechanisms in Magnesium Single Crystals Compressed in the Direction Parallel to Hexagonal Axis”, Trans. JIM vol. 4 (1963)
- [11] B.C. Wonziewicz et W.A. Backofen, “Plasticity of Magnesium Crystals”, Transactions of The Metallurgical Society of AIME, vol. 239, p. 1422 (1967)
- [12] E.W. Kelley et W.F. Hosford, “Plane-Strain Compression of Magnesium and Magnesium Alloy Crystals”, Transactions of The Metallurgical Society of AIME, vol. 242, p. 5 (1968)
- [13] A. Akhtar et E. Teghtsoonian, “Solid Solution Strengthening of Magnesium Single Crystals – The Effect of Solute on the Ease of Prismatic Slip”, Acta Metallurgica vol. 17, p. 1351 (1969)
- [14] J.F. Stohr et J.P. Poirier, “Etude en Microscopie Electronique du Glissement Pyramidal {11-22}  $\langle$ 11-23 $\rangle$  dans le Magnesium”, Phil. Mag. v25, p1313 (1972)

- [15] T. Obara, H. Yoshinaga et S. Morozumi, “{11-22}<-1-123> Slip System in Magnesium”, *Acta Metallurgica*, vol. 21, p. 845 (1973)
- [16] A. Couret et D. Caillard, “An *in situ* Study of Prismatic Glide in Magnesium –I. The Rate Controlling Mechanism”, *Acta Metallurgica*, vol. 33, p. 1447 (1985)
- [17] A. Couret et D. Caillard, “An *in situ* Study of Prismatic Glide in Magnesium –II. Microscopic Activation Parameters”, *Acta Metallurgica*, vol. 33, p. 1455 (1985)
- [18] M D Nave et M R Barnett, “Microstructures and textures of pure magnesium deformed in plane-strain compression”, *Scripta Materialia* 51, 881-885 (2004)
- [19] J. Jiang, A. Godfrey, W. Liu, Q. Liu, “Microstructure evolution via deformation twinning and slip during compression of magnesium alloy AZ31”, *materials science and Engineering A*, volumes 483-484 p. 576-579 (2008)
- [20] J. Jiang, A. Godfrey, W. Liu, Q. Liu, “identification and analysis of twinning variants during compression of a Mg-Al-Zn alloy”, *Scripta Materialia* v58-issue2, p122-125 (2008)
- [21] S. R. Agnew et O. Duygulu, “Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B”, *International Journal of plasticity* 21, 1161-1193 (2005)
- [22] A. Jain, O. Duygulu, D.W. Brown, C.N. Tomé, S.R. Agnew, “Grain size effects on the tensile properties and deformation mechanisms of a magnesium alloy, AZ31B, sheet”, *material science and engineering A*, volume 486, issues 1-2, p 545-555 (2008)
- [23] S. R. Agnew, P. Mehrotra, T. M. Lillo, G. M. Stoica, P. K. Liaw, “Crystallographic texture evolution of three wrought magnesium alloys during equal channel angular extrusion”, *Materials science and Engineering A* 408, 72-78 (2005)
- [24] S. R. Agnew, J.A. Horton, T.M. Lillo, D.W. Brown, “Enhanced ductility in strongly textured magnesium produced by equal channel angular processing”, *Scripta Materialia* 50, 377-381 (2004)
- [25] M.R. Barnett, Z. Keshavarz, A.G. Beer and X. Ma, “Non Schmid behaviour during secondary twinning in a polycrystalline magnesium alloy”, *Acta Materialia* 56, 5-15 (2008)
- [26] E. Martin, L. Capolungo, L. Jiang, J.J. Jonas, “Variant selection during secondary twinning in Mg-3%Al”, *Acta materialia* 58, 3970-3983 (2010)
- [27] J. Driver, “Crystal Plasticity”, lectures at the 3rd international summer school on Aluminium alloy technology, Trondheim, July 3 1995
- [28] J.F.W. Bishop et R. Hill, “A theory of the plastic distortion of a polycrystalline aggregate under combined stress”, *Phil. Mag. Ser. 7*, 42 : 1298-307 (1951)
- [29] G.I. Taylor, “Plastic strain in metals”, *J. Inst. Metals* 62 : 307-24 (1938)

- [30] G.Y. Chin et W.L. Mammel, "Generalization and equivalence of the minimum work (Taylor) and maximum work (Bishop-Hill) principles for crystal plasticity", *Trans. Met. Soc. AIME* 245 : 1211-14 (**1969**)
- [31] C. Tomé et U.F. Kocks, "The yield surface of h.c.p. crystals", *Acta Met.* 33, n°4, 603-621 (**1985**)
- [32] R. Fortunier, "Contribution à l'étude de la déformation plastique des cristaux et des polycristaux", Thèse soutenue à l'EMSE en 1987
- [33] M. Renouard et M. Wintenberger, "Déformation homogène par glissements de dislocations de monocristaux de structure cubique faces centrées sous l'effet de contraintes et de déplacements imposés", *C. R. Acad. Sci., Paris*, 290B, 237-240 (**1976**)
- [34] J.H. Driver, A. Skalli et M. Wintenberger, "A theoretical and experimental study of the plastic deformation of f.c.c. crystals in plane strain compression", *Phil. Mag.*, A49, 505-524 (**1984**)
- [35] B. Orlans, "Déformation plastique de monocristaux de structure cubique centrée en compression plane", thèse soutenue à l'EMSE en 1989
- [36] C.N. Tomé, R.A. Lebensohn, U.F. Kocks, "A model for texture development dominated by deformation twinning : application to zirconium alloys", *Acta Metallurgica et Materialia*, volume 39 issue 11, p. 2667-2680 (**1991**)
- [37] S.R. Agnew, D.W. Brown, C.N. Tomé, "Validating a polycrystal model for the elastoplastic response of magnesium alloy AZ31 using in situ neutron diffraction", *acta Materialia* 54, 4841-4852 (**2006**)
- [38] G. Proust, C.N. Tomé, G.C. Kaschner, "Modeling texture, twinning and hardening evolution during deformation of hexagonal materials", *Acta Materialia*, volume 55, issue 6, p 2137-2148 (**2007**)
- [39] S.R. Agnew, M.H. YOO, C.N. Tomé, "application of texture simulation to understanding mechanical behavior of Mg and solid solution alloys containing Li or Y", *Acta Materialia*, 49, 4277-4289 (**2001**)
- [40] S.R. Kalidindi, "Incorporation of deformation twinning in crystal plasticity models", *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, Volume 46, Issue 2, p. 267-271 (**1998**)
- [41] A. Staroselsky, L. Anand, "A constitutive model for hcp materials deforming by slip and twinning: application to magnesium alloy AZ31B", *International Journal of Plasticity*, Volume 19, Issue 10, p 1843-1864 (**2003**)
- [42] M.R. Barnett, Z. Keshavarz, A.G. Beer and X. Ma, "Non Schmid behaviour during secondary twinning in a polycrystalline magnesium alloy", *Acta Materialia* 56, 5-15 (**2008**)

- [43] C. Maurice, D. Piot, H. Klocker and J.H. Driver, “Hot plane strain compression of aluminium alloys by channel-die compression”, Metallurgical and materials transactions 36A, p.1039 (2005)
- [44] C. Chovet, Ch. Desrayaud et F. Montheillet, “A mechanical analysis of the plane strain channel-die compression test : friction effects in hot metal testing”, International Journal of Mechanical Sciences, 44, 343-357 (2002)
- [45] W.B. Hutchinson, M.R. Barnett, “Effective values of critical resolved shear stress for slip in polycrystalline magnesium and other hcp metals”, Scripta Materialia (2010)

## Annexes

### Annexe A : description détaillée du code

Le laminage et la déformation par channel-die sont modélisés en imposant les déformations principales du tenseur des déformations, c'est à dire  $\epsilon_{xx} = -\epsilon_{zz} > 0$  et  $\epsilon_{yy} = 0$ , la compression uniaxiale est modélisée en imposant  $\epsilon_{zz} < 0$ . Le programme considère chaque grain de manière indépendante, et ne tient donc pas directement compte de l'interaction avec ses voisins, mais le programme impose tout ou partie du tenseur des déformations du grain, et en interdisant ou en laissant libres certains cisaillements, on modélise l'interaction entre voisins dans le channel-die. Les 3 modèles utilisés pour le laminage sont le modèle de «Channel-die Taylor Full Constraint », où toute la déformation est imposée :  $\epsilon_{xx} = -\epsilon_{zz}$ , et  $\epsilon_{yy} = \epsilon_{xy} = \epsilon_{yz} = \epsilon_{yz} = 0$  ; le modèle «Channel-die pancake » qui modélise des grains très aplatis dans le plan normal à ND, où  $\epsilon_{xx} = -\epsilon_{zz}$  et  $\epsilon_{xy} = 0$  et  $\epsilon_{xz}$  et  $\epsilon_{yz}$  sont libres, ce qui autorise les cisaillements dans le plan normal à ND dans les directions RD et TD ; et le modèle « Channel-die singlecrystal » qui décrit parfaitement le comportement d'un monocristal dans le channel-die, où  $\epsilon_{xx} = -\epsilon_{zz}$  et  $\epsilon_{yz} = 0$  et  $\epsilon_{xy}$  et  $\epsilon_{xz}$  sont libres, ce qui n'autorise que les cisaillements dans la direction de laminage RD. La compression uniaxiale a été rajoutée et on a les modèles « Uniaxial-Compression Full Constraints (FC) » où  $\epsilon_{zz} = -2\epsilon_{xx} = -2\epsilon_{yy} < 0$ ,  $\epsilon_{xy} = \epsilon_{xz} = \epsilon_{yz} = 0$  ; « Uniaxial-Compression \"Pancake\" Relaxed Constraints » où  $\epsilon_{zz} = -2\epsilon_{xx} = -2\epsilon_{yy} < 0$ ,  $\epsilon_{xy} = 0$  et  $\epsilon_{xz}$  et  $\epsilon_{yz}$  sont libres ; « Uniaxial-Compression SingleCrystal Relaxed Constraints » où seul  $\epsilon_{zz}$  est imposé ; « Uniaxial-Compression chill out » où  $\epsilon_{zz} < 0$ ,  $\epsilon_{xz} = \epsilon_{yz} = 0$ . On peut aussi faire des variantes où  $\epsilon_{xx}$  et  $\epsilon_{yy}$  sont libres. Enfin il y a le modèle « 1/2Channel-Die SingleCrystal Crazy » où  $\epsilon_{yy}$ ,  $\epsilon_{xy}$  et  $\epsilon_{xz}$  sont libres, ce modèle est utilisé lorsque nous avons des contraintes  $\sigma_{yy}$  positives en channel-die.

Les composantes de déformation imposées sont notées 'Epsa', les composantes non imposées correspondant aux contraintes libres sont notées 'Epsb', et la déformation totale 'Eps'.

La déformation se fait par une procédure itérative, avec un pas 'Estep' = 0.01 représentant environ 1% de déformation, et  $\epsilon_{xx} = -\epsilon_{zz} = \text{Eps} = \text{Estep}$  ; on impose la déformation totale 'NIT' et le programme tourne jusqu'à ce que  $\text{Eps} = \text{NIT}$ .

Les tenseurs des contraintes  $\sigma$ , déviateur des contraintes S, des déformations  $\epsilon$  et des facteurs de Schmid  $M^k$  pour chaque système de déformation k, sont symétriques, de taille 3\*3 et de

trace nulle. Dans le programme les tenseurs T sont écrits sous forme de vecteurs V à 5 composantes, en utilisant la notation de Lequeu (1986) :

$$V1=(T22-T11)/\sqrt{2} ; V2= \sqrt{3}/\sqrt{2}*T33 ; V3=\sqrt{2}*T23 ; V4=\sqrt{2}*T13 ; V5=\sqrt{2}*T12.$$

Pour les calculs, on a besoin de passer des angles d'Euler aux matrices de rotation et vice versa, en utilisant les fonctions PHISC et PHISC écrites dans le sous programme 'orient.c'.

Une fois les données d'entrée déterminées, le programme se déroule en suivant ces 4 grandes étapes à chaque itération :

« SchmidFactors() », où sont écrits les plans et vecteurs des systèmes de déformations k, sont calculés les facteurs de Schmidt  $M^k$ , les vecteurs rotation RK, et où l'on entre les CRSS pour chaque système de déformation.

« SolveTBH() », où est écrite et calculée la matrice 'a' regroupant les équations de plasticité cristalline à résoudre, où est appelé la sous fonction « Simplex » qui permet de résoudre ces équations, et d'où on retire les contraintes calculées, les cisaillements 'gamma', les déformations non imposées et la déformation totale.

« CrystalRotation() » où est calculé la rotation de la maille cristalline, à partir des 'gamma', ou la fraction de matrice qui a maclé si les 'gamma' correspondent à du maclage. Dans notre programme, chaque grain se décompose en une partie parent et une ou plusieurs parties maclées si du maclage est activé, et ensuite ces macles sont traités comme de nouveaux grains, avec le même état de contrainte, mais nous avons forcé les macles de traction à ne se déformer que par glissement par la suite, et les macles de compression à se déformer avec du glissement et du maclage de traction, pour autoriser le double maclage mais limiter le nombre de macles possibles. C'est pourquoi dans la sous-fonction « SolveTBH() », la matrice 'a' est différente selon la partie du grain considérée.

« FiniteShear() » où sont calculés les cisaillements et le tenseur des déformation.

Dans la partie « SchmidFactors », le programme a été adapté aux systèmes de déformation du magnésium, les 18 systèmes de glissements (3 basals, 3 prismatiques, 6 pyramidals I, 6 pyramidals II) sont décrits dans le code par leur normale au plan de glissement NC[k] et leur vecteur de burger BC[k] respectifs, exprimés dans le repère du cristal (qui correspond au repère du channel-die lorsque l'orientation du cristal est 0 0 0) ; de plus les 18 systèmes de maclage (6 maclages de traction  $\{10\bar{1}2\}$ , 6 maclages de compression  $\{10\bar{1}1\}$  et 6 maclages de compression  $\{10\bar{1}3\}$ ) ont été rajoutés et traités comme les systèmes de glissement, avec leur plan et leur direction. Notons que la numérotation des systèmes de

maillage suit un certain ordre, et nous avons appelé les variantes  $\{10\bar{1}2\}$  de A1 à A6, les variantes  $\{10\bar{1}1\}$  de B1 à B6, les variantes  $\{10\bar{1}3\}$  de C1 à C6.

Ensuite ces plans et vecteurs sont calculés dans le repère du channel-die par multiplication avec la matrice de rotation, qui représente l'orientation du cristal sous forme matricielle et non d'angles d'Euler, et sont appelés NO et BO respectivement. Les facteurs de Schmid pour les 36 systèmes de déformation (notés k) sont ensuite calculés avec la formule  $MO[k][ij]=(BO[i]*NO[j]+BO[j]*NO[i])/2$ . On calcule aussi les vecteurs de rotation RK1[k], RK2[k], RK3[k], qui représentent la rotation de la maille autour respectivement des axes X, Y et Z du channel-die, sous l'effet du glissement du système k. Il existe plusieurs formules possibles pour calculer ces vecteurs rotations, et la figure A.1 montre comment calculer RK1 en prenant compte des contraintes verticales et horizontales, qui s'opposent au cisaillement et forcent la rotation du cristal. Ces contraintes peuvent être plus ou moins lâches, c'est à dire plus ou moins forcer la rotation dans un sens ou dans l'autre, auquel cas on peut même pondérer entre 0 et 1 les termes  $BO[i]*NO[j]$ .

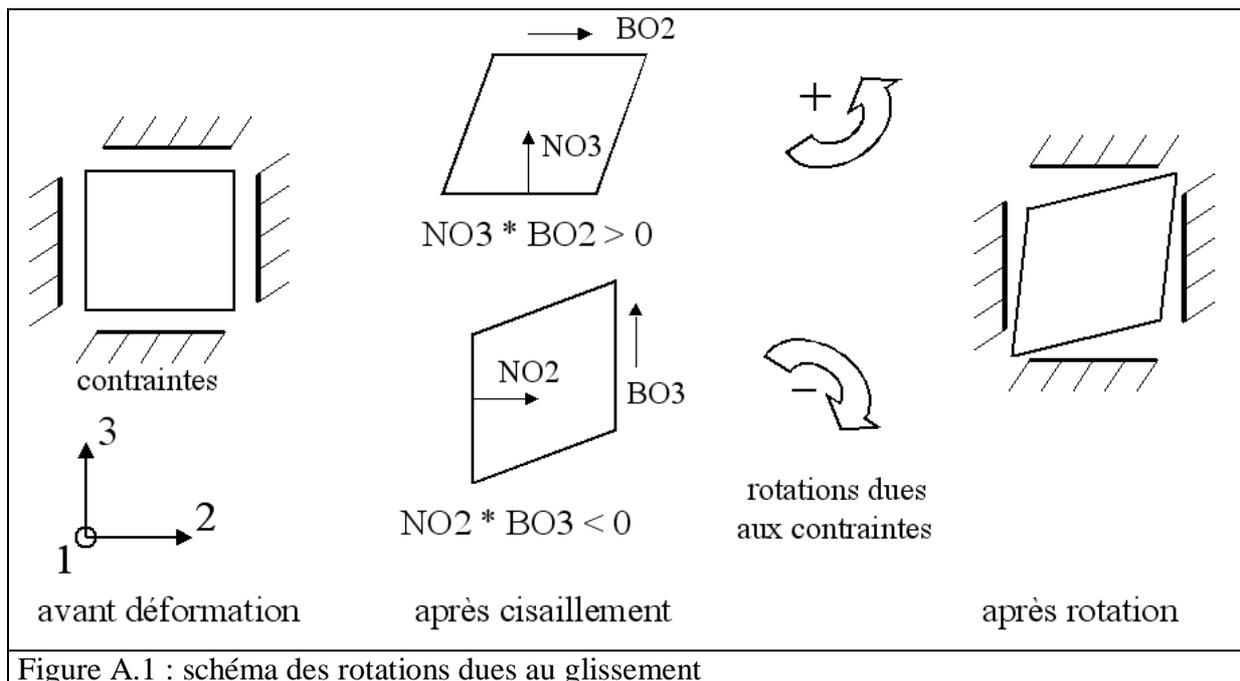


Figure A.1 : schéma des rotations dues au glissement

Sur le schéma la pondération vaut  $\frac{1}{2}$  :

$$RK1[k] = (-BO[3]*NO[2]+BO[2]*NO[3])/2$$

Pour les rotations où il n'y a des contraintes que d'un coté, par exemple pour RK2[k] qui est lié au cisaillement XZ, on a la formule :

$$RK2[k] = BO[3]*NO[1]$$

En fait on prouve aisément que lorsqu'on calcule un vecteur rotation autour d'un axe X, et que le cisaillement de l'échantillon sur le plan perpendiculaire à cet axe X est imposé nul, toutes les formules utilisées pour le vecteur rotation sont équivalentes :

$$\sum_k MO_k^3 * \gamma_k = \varepsilon_{23} = 0 \quad (\text{équation de la déformation})$$

$$\Leftrightarrow \sum_k (BO_2^k * NO_3^k + BO_3^k * NO_2^k) * \gamma_k = 0$$

$$\Leftrightarrow \sum_k BO_2^k * NO_3^k * \gamma_k = - \sum_k BO_3^k * NO_2^k * \gamma_k$$

Et par définition du vecteur rotation autour de X :

$$RK1 = \sum_k (-BO_3^k * NO_2^k + BO_2^k * NO_3^k) * \gamma_k / 2 \quad (\text{équation du vecteur rotation})$$

$$\Leftrightarrow RK1 = \sum_k (+BO_2^k * NO_3^k) * \gamma_k$$

Enfin dans cette partie on affecte les valeurs aux contraintes de scission résolue critique (CRSS, 'critical resolute shear stress') des systèmes de déformation, notées 'TauC'. Notons dès à présent que nous n'avons pas fait intervenir de loi d'écrouissage dans le programme, donc les CRSS sont constantes et ne dépendent ni des cisaillements gamma, ni de la déformation Eps.

Dans la partie « SolveTBH », le programme optimise la déformation selon le principe de Taylor généralisé aux déformations imposées ('Epsa'), en maximisant le travail externe 'W'. Pour modéliser la déformation en mode rigide plastique, le programme impose la déformation 'Epsa' sur certaines composante du tenseur des déformations, calcule les contraintes 'Stress' correspondantes aux déformations imposées, et maximise le travail  $W = \text{Stress} * \text{Epsa}$ , sous les contraintes :  $MO[k] * \text{Stress} \leq \text{TauC}[k]$ . C'est un problème d'optimisation sous contraintes : pour la résolution informatique les paramètres de la fonction à optimiser se retrouvent sur la première ligne d'une matrice 'a', et le premier terme de la première ligne  $a[1][1]$  est le résultat 'W' de l'optimisation. De manière informatique on ne sait maximiser que des variables positives, donc on a coupé le problème en une partie positive et une partie négative, si bien que pour N contraintes imposées (N variant de 1 à 5), les termes de 2 à N+1 correspondent à la partie positive de l'optimisation, et on leur affecte les paramètres 'Epsa', les termes de N+2 à 2N+2 à la partie négative et on leur affecte les valeurs '-Epsa'.

Les lignes suivantes de la matrice 'a' sont dévolues aux équations de contraintes, dans la première colonne on affecte les CRSS 'TauC', puis l'opposé des facteurs de Schmidt '-MO'

correspondant aux contraintes imposées, puis les facteurs de Schmidt 'MO' correspondant aux contraintes imposées négatives. Comme les 18 systèmes de glissements peuvent être activés positivement ou négativement, cela fait 18 contraintes supplémentaires mais opposées, c'est à dire qu'au début des lignes on affecte 'MO' puis à la fin '-MO'. On utilise les vecteurs 'izrov' et 'iposv' pour retrouver la position des variables qui ont été calculées et maximisées durant l'optimisation linéaire. Dans notre cas les variables sont les contraintes 'SSA' et les cisaillements 'gamma'. Le programme utilise la méthode du « Simplex » qui est la méthode informatique pour optimiser une fonction linéaire sous contraintes linéaires ; cette méthode est disponible dans « Numerical Recipes ». Le simplex ne permet de trouver que des variables positives, c'est pourquoi les N contraintes initiales ont été séparées en une partie positive et une partie négative, et le simplex recherche 2\*N variables positives ('right-hand variables'). Les contraintes sont normalisées ('normal form') en faisant intervenir des variables provisoires ('left-hand variables' ou 'basic variables') positives 'x', de telle sorte que les contraintes s'expriment sous la forme  $x = \tau C[k] - MO[k]*Stress$ , ce qui explique que dans la matrice 'a' on a placé  $-MO[k]$  sous les 'Eps' positifs. Les variables provisoires n'interviennent pas dans la matrice 'a'. L'optimisation se fait en suivant une série d'opérations élémentaires sur la matrice 'a' :

- le simplex localise l'élément pivot comme étant le plus négatif facteur de Schmidt  $MO[k] \ll 0$  sous un paramètre d'entrée positif ( $Eps_a > 0$ ) et le sauvegarde,
- sauvegarde toute la colonne du pivot,
- remplace chaque ligne, sauf la ligne du pivot, par une combinaison linéaire d'elle-même et de la ligne pivot qui annule sa variable d'entrée ( $\sigma$ ) correspondant à la colonne pivot,
- divise la ligne du pivot par le négatif du pivot ( $-MO[k]$ ),
- remplace l'élément pivot par l'inverse de sa valeur sauvegardée,
- remplace le reste de la colonne du pivot par ses valeurs sauvegardées divisées par l'élément pivot.

Le simplex retourne les contraintes  $\sigma$  qui apparaissent à la première colonne de la matrice 'a', où il y avait précédemment les CRSS, et leur position est retrouvée grâce à 'iposv', et le simplex permet aussi de calculer les cisaillements pour les systèmes actifs 'gamma', qui apparaissent sur la première ligne de 'a', et leur position (savoir à quel système de glissement ou de maillage k ils correspondent) est retrouvé grâce à 'izrov'.

Ensuite on calcule pour tous les systèmes de déformation la scission  $Stress*MO[k]$  : si elle est presque égale à  $\tau C$ , le système de déformation est considéré comme actif, même si son cisaillement gamma est nul.

En cas d'ambiguïté, c'est à dire lorsque il y a plus de systèmes de déformation actifs que de systèmes nécessaires à la déformation (5 dans le cas du modèle de Taylor Full Constraint), plusieurs jeux de cisaillement donnent le travail maximum, alors le programme utilise le principe de la minimalisation du travail au second ordre ( $dW/dt$  Min) de Renouard et Wintenberger (1981), ce qui permet de choisir le jeu de systèmes de glissement tel que le taux de durcissement soit minimisé. Notons que pour les systèmes de maclage, l'ambiguïté n'est pas levée et le programme sélectionne les premiers  $\gamma$  qui apparaissent comme solution. Le programme donne autant de  $\gamma$  qu'il y a de déformations imposées.

Ensuite on calcule la déformation non imposé 'Epsb', en minimisant l'énergie interne, c'est à dire que la déformation 'Epsb' est uniquement due aux glissements calculés précédemment :  

$$Epsb = \sum MO[k] * \gamma[k].$$

Enfin on calcule la déformation totale :  $Eps = ESTEP * (Epsa + Epsb).$

Dans la partie « CrystalRotation », le programme distingue 2 cas : gamma correspond à du maclage ou gamma correspond à du glissement.

Si gamma correspond à du maclage, on calcule dans la fraction volumique maclée, et l'orientation de cette macle si elle est nouvelle. Pour convertir un cisaillement en fraction volumique, on utilise les propriétés géométriques de la maille, et on a calculé géométriquement que le cisaillement de la partie maclée par rapport au plan de maclage (distance séparant un atome de la maille avant et après cisaillement, divisé par la distance de cet atome par rapport au plan) valait  $(3-CA^2)/(CA*\sqrt{3})=0.1289$  pour le maclage  $\{10\bar{1}2\}$ , et  $(4*CA^2-9)/(4*CA*\sqrt{3})=0.1377$  pour les maclages  $\{10\bar{1}1\}$  et  $\{10\bar{1}3\}$  ( avec  $CA=c/a$ ). Donc en divisant le cisaillement gamma du système de maclage calculé par « SolveTBH » par ce cisaillement de la macle, on obtient la fraction volumique maclée correspondante, qui est sauvée dans le vecteur FRGRAIN. Si la macle calculée existe déjà, la fraction calculée est ajoutée à la fraction déjà existante. Si la macle correspondante au glissement gamma est une nouvelle macle, on augmente le nombre de parties dans le grain (variable PAGRAIN[1]) de 1, on repère de quelle macle il s'agit (parmi les 18 macles possibles) en donnant un numéro à cette macle, qui est de 1 à 18 si cette macle est issue de la partie parent. Ce numéro est stocké dans le vecteur PAGRAIN en position x+1 si c'est la  $x^{i\text{ème}}$  macle qui apparaît lors de la déformation ; et s'il s'agit de double maclage apparu dans la macle qui était apparu en  $x^{i\text{ème}}$  position, le numéro de ce macle est entre  $1+(18*x)$  et  $18+(18*x)$ . Il faut alors calculer l'orientation de cette nouvelle macle, pour cela on utilise la sous-fonction

« OrientationTwined(k, &E1, &E2) » dans laquelle se trouvent les orientations des 18 macles possibles dans le repère du cristal ; on désigne le numéro k de la macle, l'adresse de l'orientation de la partie parent (ou de la partie maclée dans le cas de double maclage) &E1, et l'adresse dans laquelle on va mettre l'orientation de la nouvelle macle &E2. La sous fonction calcule, en utilisant les quaternions pour enchaîner les rotations, l'orientation de la nouvelle macle ; la formule est  $Q(E2) = Q(E1)*Q(k)$ , où Q(E2) est le quaternion représentant l'orientation de la macle dans le repère du channel-die, Q(E1) l'orientation de la partie parent dans le repère de channel-die, et Q(k) l'orientation de la macle numéro k dans le repère du cristal (ou d'orientation initiale 0 0 0). Comme dans le programme les macles ont un numéro k, nous savons toujours de quelle variante il s'agit.

Si 'gamma' correspond à un système de glissement, la rotation de la maille est calculée en utilisant la matrice de rotation 'ROT' dont les valeurs sont calculées pour chaque système de glissement actif, en utilisant la quantité de cisaillement 'gamma' et les composantes des vecteurs rotations RK1, RK2 et RK3 définies dans « SchmidFactors ».

Dans la partie « FiniteShear() », le programme calcule les cisaillements à partir du tenseur 'Eps' calculé dans « SolveTBH », le tenseur des déformations totales. Dans le cas où il y a eu du maclage, on calcule la somme, pondérée par la fraction volumique des parties, du tenseur des déformations de chaque partie du grain. On prend bien sûr en compte le cisaillement dû au glissement et le cisaillement dû au maclage. Pour calculer les cisaillements purs, on ne peut se contenter de sommer individuellement les cisaillements à chaque itération, il est nécessaire de prendre en compte l'ensemble des cisaillements pour en calculer 1, comme l'a décrit FORTUNIER : les cisaillements ainsi calculés sont donnés dans les variables FS12, FS13 et FS23.

Le programme de base peut sortir les données suivantes, écrites dans un fichier texte ; on distingue les données pour un monocristal et les données pour une texture.

Pour un monocristal, le programme sort le tenseur des déformations et les cisaillements, indique le nombre de parties qu'il y a dans le grain ; s'il n'y a pas de maclage il y a une seule partie dans le grain. Pour chaque partie, parent en macle, le programme donne l'orientation de cette partie, le nombre de systèmes de déformations critiques et indique lesquels par leurs numéros. Le numéro correspond à l'ordre d'entrée des systèmes dans la partie « SchmidFactors() », 1 à 3 correspond au glissement basal, 4 à 6 au glissement prismatique, 7 à 12 au glissement pyramidal I, 13 à 18 au glissement pyramidal II, 19 à 24 au maclage de

traction  $\{10\bar{1}2\}$ , 25 à 30 au maillage de compression  $\{10\bar{1}1\}$ , 31 à 36 au maillage de compression  $\{10\bar{1}3\}$ . Ensuite on extrait les ‘gamma’ pour l’ensemble des systèmes de déformation, ainsi que la somme des ‘gamma’ additionnés (en fait leur valeur absolue est additionnée) à chaque incrément de la déformation, ce qui donne une idée de la quantité de glissements actifs ; du fait de la rotation les systèmes de glissement actifs changent, et donc regarder la somme des ‘gamma’ permet de s’apercevoir de ces changements. Enfin le programme sort le tenseur des contraintes pour chaque partie. Nous regardons surtout la contrainte selon Z de la partie parent, qui correspond à ce qui est mesuré expérimentalement pendant la déformation.

Pour l’analyse des textures, nous avons limité les données de sorties du programme à l’orientation : le programme donne pour chaque partie de chaque grain sa fraction volumique et son orientation, sous forme de 3 angles d’Euler exprimés en degrés. De plus, le programme peut sortir les données nécessaires à dessiner des figures de pôles, c’est à dire que nous calculons pour chaque orientation les coordonnées qu’aurait cette orientation dans une figure de pôles ; nous pouvons dessiner les figures de pôles  $(0001)$ ,  $\{2\bar{1}\bar{1}0\}$  et  $\{10\bar{1}0\}$  ; pour avoir rapidement des simulations nous avons recopié ces données dans une feuille Excel pour dessiner le graphique correspondant. Une solution plus élégante consiste à importer les angles d’Euler issus de la simulation sur Channel 5 pour dessiner les figures de pôles.

## Annexe B : résultats comparés de CU et CPC

Nous présentons ici les résultats obtenus par nos collègues chinois lors de la compression de leur alliage AZ31, non revenu, à température ambiante et à 150°C. Les courbes obtenues par Jiang Jia en compression uniaxiale (figure B1) ont été publiées [19], mais les courbes obtenues par des essais de channel die à l'école des mines (figure B2) n'ont pas été publiées. Les courbes sont données en contraintes et déformations vraies qu'on peut mettre en contraintes et déformations équivalentes de Von Mises (en divisant la contrainte par 1,15 environ et multipliant la déformation par 1,15). Sans tenir compte de cette correction on voit qu'en channel die les contraintes sont plus élevées, d'un rapport variant entre 10% (courbes 90°ND) et 40% (courbes 0°ND).

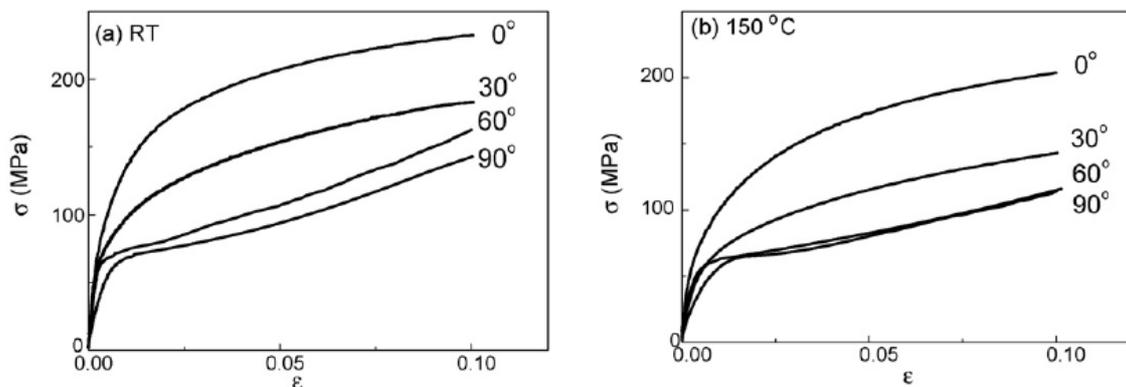


Figure B1 : courbes contrainte déformation en compression uniaxiale à  $0.01 \text{ s}^{-1}$  à RT et 150°C [19]

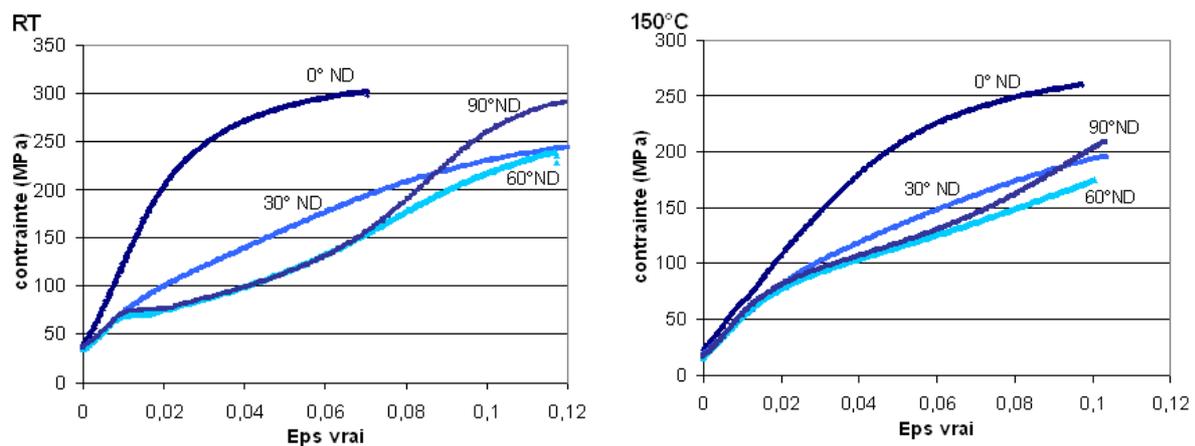


Figure B2 : courbes contrainte déformation en channel-die à  $0.01 \text{ s}^{-1}$  à RT et 150°C

N° d'ordre : 2010 EMSE 0580

Adrien CHAPUIS

A STUDY OF THE MECHANISMS CONTROLLING THE PLASTIC  
DEFORMATION OF MAGNESIUM AT HIGH TEMPERATURE

Speciality : Material Science

Keywords : Magnesium, CRSS, Modeling

Abstract :

Magnesium and its alloys are increasingly used in the transport industry for their low density (1.7), and ideally could be used after plastic shaping. Due to the hcp structure, magnesium is very anisotropic and exhibits low ductility at room temperature. Strain is controlled by the activation of slip and twinning mechanisms, and only basal slip and tensile twinning operate at RT, whereas at high temperature prismatic and pyramidal  $\langle c+a \rangle$  slip, and compressive twinning are active. Pure magnesium single crystals were produced with different orientations to measure the critical resolved shear stresses (CRSS) of the different deformation mechanisms, by channel-die compression from RT to 450°C. In parallel we developed a crystal plasticity model to simulate the deformation of constrained crystals, this model is based on the Schmid law and the principle of maximum work. The model enables the prediction of activated deformation mechanisms and the stress as a function of the CRSS. We have also used the model to predict the behaviour of a polycrystalline alloy AZ31.

École Nationale Supérieure des Mines  
de Saint-Étienne

N° d'ordre : 2010 EMSE 0580

Adrien CHAPUIS

ETUDE DES MECANISMES CONTROLANT LA DEFORMATION DU  
MAGNESIUM A CHAUD

Spécialité: Sciences et génie des Matériaux

Mots clefs : magnésium, CRSS, modélisation

Résumé :

Le magnésium et ses alliages sont de plus en plus utilisés dans les transports pour leur faible densité (1,7), et on cherche à les utiliser sous la forme corroyée. De structure hexagonale compact, le magnésium est très anisotrope et faiblement ductile à froid. La déformation est contrôlée par l'activation de systèmes de glissement et de maclage, seuls le glissement basal et le maclage de traction sont actifs à froid, alors qu'à chaud sont activés les glissements prismatique et pyramidal  $\langle c+a \rangle$ , et le maclage de compression. Nous avons élaboré des monocristaux de magnésium pur de différentes orientations pour mesurer les contraintes de cisssion résolues critique (CRSS) des différents systèmes par des essais de compression plane à des températures allant de l'ambiante à 450°C. En parallèle nous avons développé un code de plasticité cristalline pour modéliser la déformation de cristaux contraints, ce programme est basée sur la loi de Schmid et le principe du travail maximum, ce qui permet de prédire les systèmes de déformation activés et la contrainte nécessaire, en fonction des CRSS. Nous avons aussi testé le modèle pour prédire le comportement de l'alliage polycristallin AZ31.