HAL
open science

Laminage asymétrique de l'alliage de magnésium AZ31

Mathilde Forget

To cite this version:

Mathilde Forget. Laminage asymétrique de l'alliage de magnésium AZ31. Matériaux. Université de Grenoble, 2013. Français. NNT : . tel-00930193v1

HAL Id: tel-00930193

https://theses.hal.science/tel-00930193v1

Submitted on 14 Jan 2014 (v1), last revised 20 Mar 2014 (v2)

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.

UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

THÈSE

Pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE GRENOBLE

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

Arrêté ministériel : 7 août 2006

Présentée par

Mathilde FORGET

Thèse dirigée par **Edgar RAUCH**
et codirigée par **Georges KAPELSKI**

préparée au sein du **Laboratoire SIMaP**
dans **l'École Doctorale I–MEP2**

Laminage asymétrique de l'alliage de magnésium AZ31

Thèse soutenue publiquement le **Vendredi 8 Février 2013**,
devant le jury composé de :

M. José Joaquim DE ALMEIDA GRÁCIO
Professeur Université d'Aveiro, Portugal, Rapporteur
M. Frank MONTHEILLET
Directeur de recherche CNRS, Saint-Etienne, Rapporteur
M. Denis SOLAS
Maître de Conférences Université Paris-Sud XI, Orsay, Membre
Mme. Muriel VERON
Professeur Grenoble INP, SIMaP, Grenoble, Membre
M. Edgar RAUCH
Directeur de recherche CNRD, SIMaP, Grenoble, Directeur de thèse
M. Georges KAPELSKI
Maître de Conférences Grenoble INP, SIMaP, Grenoble, Co-Directeur de thèse

Remerciements

La thèse ayant été soutenue, mises à part les quelques corrections du manuscrit, il ne reste plus qu'une chose à écrire, les remerciements. Ça pourrait paraître simple après tout ce qui a déjà été fait, s'il n'y avait la crainte d'oublier quelqu'un. C'est pourquoi je m'excuse d'avance si dans le texte qui suit des personnes ont été oubliées.

Tout d'abord, le jour même de la soutenance. J'ai eu la chance d'avoir un jury composé de personnes intéressantes qui m'avaient fait l'honneur de venir de loin pour certains. C'est pourquoi je les remercie d'avoir accepté de faire partie de mon jury.

Etaient aussi dans le jury, Edgar et Georges, mes directeurs de thèse. J'ai eu l'occasion de voir, soit parmi mes connaissances, soit dans des blogs de thésard, qu'il était monnaie courante d'avoir des difficultés avec ses encadrants de thèse. Je pense avoir été chanceuse d'être tombée sur une équipe d'encadrants dont les compétences respectives semblaient bien réparties et complémentaires. Ils ont eu le courage de m'accompagner et m'amener jusqu'au bout de cette thèse : Georges par sa présence quotidienne et pendant les manips, Edgar pendant les phases de réflexion et pour le MET. Au passage, je n'oublierai pas la frayeur que nous fait Georges à la fin de ma première année ; je lui conseille la musique comme nouveau hobby, moins dangereux.

Durant cette thèse il m'a fallu réaliser diverses analyses. Pour cela j'ai fait appel à l'aide de plusieurs personnes compétentes dans les différents domaines. Hervé m'a notamment initiée aux analyses de texture par DRX, Florence m'a, quant à elle, permis de faire de nombreuses observations MEB et analyses EBSD. Je remercie aussi l'ensemble du personnel du CMTC pour leur aide et leurs conseils. Parmi les personnes m'ayant apporté leur aide, il y a aussi bien sûr Patricia qui non seulement faisait partie de mon jury de suivi de thèse chaque année et qui a fait ses débuts sur ASTAR en même temps que moi, mais elle m'a aussi consacré pas mal de son temps pour m'aider avec les réglages du MET. Charles aussi m'a donné beaucoup de son temps en remplaçant Georges au pied levé pour les essais de laminage, lorsque ce dernier se rétablissait et pour son aide dans les différentes autres manips à mettre en place. Et toujours avec sourire et bonne humeur ! Le sourire de Claire et Claude était aussi très présent, même lorsqu'elles nous voient arriver de loin avec quelque chose à demander. C'était aussi le cas pour les autres gestionnaires du SIMaP et de l'ED I-MEP2. Je remercie aussi Franck, Gilles et Alain pour leur aide régulière.

Je voudrais aussi remercier tous les membres du GPM2, permanents et non-permanents, que j'ai côtoyé quotidiennement, pour la bonne ambiance du labo. C'était toujours un plaisir de venir au labo. Puis les thésards, grâce auxquels je garde plein de bons souvenirs de ces 3 années. Il y avait les anciens avec entre autre Jenn (qui m'a initié à

l'AMAP), Antoine (qui a été notre éclaireur pour les nouvelles directives de l'INP sur le chômage), Laurent, Grégory et Pierre. Puis les 'petits' jeunes avec, entre autres, Jérémi (qui m'a fait découvrir les matchs de hockey pro), Edouard (qui comme Jérémi venait régulièrement discuter en salle verte), Benjamin (qui a su prendre le relais pour représenter les doctorant au SIMaP), ainsi que Nathalia (une autre fan de Boris Akounine), Ashraf, Matteo, Lionel, ZiLin, Pawel et tous les autres. Je ne peux parler des thésards sans citer ceux hors GPM2 avec par exemple, Thomas, Coraly, Quentin, Fanny, Nicolas, Thomas, Malika et Vincent (qui heureusement était là en Août quand tout le monde était parti). Et surtout ma 'promo' avec Magali, Bastien (le grand frère forgeron), Thibault (pour son expertise et ses conseils avisés, ou non, en relation humaine), Jean-Jean (pas pour ses crises d'énervements ou pour les pieds de porc, mais pour les bons moments passés ensemble) et bien sûr Audrey qui durant ces années de thèse aura été ma complice, ma collègue et ma coloc. Merci à tous.

La majorité de ma vie a tourné autour de la thèse durant ces quelques années, mais il n'y eut pas que ça… Grâce au Cannibal Marmots, j'ai pu me défouler une à deux fois par semaine sur mes rollers et avec l'aide de Claire et des membres de la formation musicale, j'ai eu des moments de détente musicale sur mes harpes. J'ai aussi une petite pensée pour mes amis lointains qui me manquaient mais qui me remontaient indirectement le moral rien qu'en pensant à eux (Anne-Laure, Emilie, Jen, Alex, Cyrielle, Loïc, Arnaud et Marion).

Et enfin, je voudrais remercier ma famille grâce à qui j'ai pu en arriver là, car ils m'ont donné la possibilité de faire des études et ils m'ont toujours encouragée à avancer et à aller plus loin pour réaliser mes rêves (tout en acceptant les rêves en question, ce qui n'était pas le plus simple !). Je n'oublie pas non plus Elven qui m'attendait à l'appart sans se plaindre, elle était toujours partante pour me réconforter quand ça n'allait pas, et surtout partante pour des ballades.

Merci à tous !

Introduction 1

Chapitre 1 : Etude Bibliographique

A. Généralités 3

A.1. Le magnésium 3

A.2. Les alliages de Mg 4

A.2.1. *Composition* 4

A.2.2. *Utilisation* 4

B. Mécanisme de déformation du Mg 5

B.1. Systèmes de glissement 5

B.2. Maclage 6

B.2.1. *Principe du maclage* 6

B.2.2. *Les systèmes de maclage* 8

Macles de traction 11

Macles de compression 11

B.2.3. Double macle 11

C. Le laminage 14

C.1. Présentation du laminage 14

C.2. Mécanique du laminage conventionnel 16

C.2.1. *Introduction* 16

C.2.2. *Répartition des pressions dans l'emprise* 17

C.3. Evolution de la microstructure du matériau pendant le laminage 20

C.3.1. *Introduction* 20

C.3.2. *Recristallisation statique* 21

C.3.3. Recristallisation dynamique 22

C.3.4. Localisation de la déformation

- Bandes de cisaillement 25

C.4. La texture 26

C.4.1. *Texture d'écrouissage* 27

C.4.2. *Texture de recristallisation* 29

C.5. Laminage asymétrique 31

C.5.1. Introduction 31

C.5.2. Mécanique du laminage asymétrique 31
C.5.3. Texture de laminage asymétrique pour les alliages de magnésium 32
C.6. Conclusion 35

Chapitre 2 : Techniques de caractérisation et matériau

A. Matériau : AZ31 36
B. Laminoir 36
C. Microscopie optique 38
C.1. Polissage 38
C.2. Solution d'attaque 38
D. Analyse de texture cristallographique 38
D.1. Figures de pôles 39
D.2. Principe de l'analyse de texture cristallographique par DRX 40
D.3. Paramètres et préparation 42
E. Microscopie électronique 43
E.1. MEB – EBSD 43
E.1.1. Principes 43
E.1.2. Paramètres et préparation 43
E.2. MET – ACOM 45
E.2.1. Principes 45
E.2.2. Paramètres et préparation 47
F. Essais mécaniques 48
F.1. Principe des essais de cisaillement 48
F.2. Paramètres et préparation 49

Chapitre 3 : Paramètres et résultats expérimentaux

A. Conditions thermiques 50

A.1. Introduction 50

A.2. Essais de laminage asymétrique à froid 51

A.3. Essais de laminage en température 52

B. Etude des paramètres expérimentaux 54

B.1. Vitesses des rouleaux 54

B.2. Différents chemins 56

B.3. Réductions 57

C. Matériau brut de réception 60

C.1. Microstructure 60

C.2. Texture 61

C.2.1. Texture macroscopique par DRX 61

C.2.2. Observations et textures locales 62

C.2.3. Observation par MET 63

C.3. Propriétés mécaniques 63

C.4. Conclusion brut de réception 64

D. Matériaux laminés 64

D.1. Laminage symétrique 65

D.1.1. *Observation macroscopique* 65

D.1.2. *Microscopie optique* 65

D.1.3. *Texture cristallographique* 66

D.1.4. *Microscopie électronique* 67

MET 67

Détermination du système de maclage 68

D.1.5. Cisaillement 72

D.1.6. Conclusion laminage symétrique 73

D.2. Laminage asymétrique 73

D.2.1. *Observation macroscopique* 73

Taux de cisaillement 75

D.2.2. Microscopie optique 77

D.2.3. *Texture cristallographique* 78

D.2.4. Suivi durant le laminage 79

Microstructures 79
Textures cristallographiques 81
D.2.5. *Microscopie électronique* 83
MEB 83
MET 85
Analyse des systèmes de maclage 86
D.2.6. *Cisaillement* 90
D.2.7. *Conclusion laminage asymétrique* 92

Chapitre 4 : Discussion

A. Les macles du laminage 93
A.1. Les conditions de déformation 93
A.2. Type de maclage 95
B. Instabilité du laminage 103
C. L'instabilité plastique 107
C.1. Type d'instabilité 107
C.1.1. Les instabilités non retenues 108
C.1.2. *l'adoucissement textural (instabilité de type M)* 110
C.2. Les glissements : cause d'instabilité 111
C.2.1. Cisaillement simple 114
C.2.2. *Laminage symétrique* 117
C.2.3. Laminage asymétrique 118
D. Conclusion 121

Conclusion générale 122

Bibliographie 124

Annexes 131

Introduction

Un des grands challenges scientifiques, économiques et écologiques du XXIème siècle est l'économie des énergies par tous les moyens. L'un de ces moyens passe par l'allégement des structures, notamment dans les véhicules tels que les voitures, permettant ainsi de réduire la consommation de carburant. C'est pour ces raisons que l'étude des matériaux légers s'est développée.

Le magnésium est un métal très léger qui mérite donc des études approfondies afin de répandre son utilisation. Ce métal présente toutefois quelques difficultés lors de sa mise en forme. C'est pourquoi de nombreux travaux ont été entrepris et sont encore en cours pour mieux comprendre les mécanismes de déformation du magnésium et ainsi pouvoir pallier ces difficultés.

Différents travaux ont d'ailleurs été réalisés au GPM2 (Génie Physique et Mécanique des Matériaux), au sein du laboratoire SIMaP (Science et Ingénierie des Matériaux et Procédés), sur différents alliages légers. Que ce soit sur le magnésium avec la thèse de Rémi Boissière [Boissière 08] (soutenue en 2008) et le projet AEROMAG ou sur l'aluminium avec la thèse de Chantal Martin [Martin 99] (soutenue en 1999). L'intérêt pour les alliages légers n'est donc pas nouveau au SIMaP.

De plus, depuis déjà de nombreuses années l'équipe GPM2 oriente une partie de ses recherches sur les hyper déformations de métaux. Il existe deux techniques d'hyper déformations étudiées au sein du laboratoire : la technique par Extrusion Coudée à Aires Egales (ECAE) et le Laminage Asymétrique. Les deux ont pour but de modifier la microstructure et / ou la texture du matériau afin d'obtenir des propriétés mécaniques différentes. La technique ECAE est notamment évoquée dans le cadre des thèses de Laurent Dupuy [Dupuy 00] (soutenue en 2000) et d'Alexandre Mussi [Mussi 03] (soutenue en 2003). Quant au laminage asymétrique, il a été étudié dans le cadre d'un projet financé par la fondation CETIM.

Le travail présenté dans cette thèse s'inscrit donc tout naturellement dans une logique de continuité des études déjà réalisées au sein du laboratoire, dans le but de comprendre et améliorer la mise en forme des alliages légers.

Dans le cas présent, ce sera la mise en forme de l'alliage de magnésium AZ31 par laminage asymétrique avec une étude des instabilités et des mécanismes de maclage présents lors de la déformation.

Pour cela, cette thèse se divise selon les quatre chapitres suivants :

Le premier chapitre rapporte l'état de l'art sur le sujet dans une étude bibliographique. Il se divise en deux parties : la première traitera du magnésium et les principes de maclages en particulier. La deuxième partie portera sur le laminage en général avec un historique et

une présentation de la mécanique du processus. Puis le laminage asymétrique sera introduit avec un rappel de la littérature sur le sujet.

Le chapitre suivant énumère les techniques utilisées au cours de cette thèse ainsi que les paramètres de réglage et les préparations effectuées pour les différentes analyses. Le tout est précédé d'une présentation de l'alliage AZ31 et du laminoir mis à disposition pour ce travail.

Le chapitre trois commence par une rapide étude sur la détermination des paramètres de laminage, puis détaille les résultats obtenus avec les analyses par microscope optique, MEB, MET et DRX avant et après laminage symétrique et asymétrique des échantillons, ainsi que les résultats des essais mécaniques effectués.

Enfin le dernier chapitre tente une confrontation entre laminage symétrique et laminage asymétrique, tout en discutant sur la présence et l'origine des macles observées après laminage. Une étude théorique est aussi réalisée sur les systèmes de glissement pouvant intervenir durant le laminage, afin de mettre en évidence l'origine et le type des instabilités constatées dans le matériau après laminage asymétrique.

Une conclusion fait office de synthèse sur les résultats et les conclusions obtenues. Elle introduit aussi des idées de piste pour aller plus loin dans l'étude du laminage asymétrique et la mise en forme de l'alliage de magnésium AZ31 en guise de perspective.

Etude Bibliographique

A. Généralités

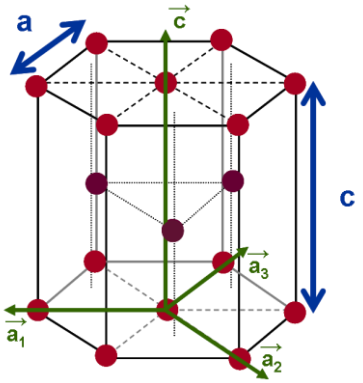
A.1. Le magnésium

Parmi les éléments chimiques les plus abondants dans la croûte terrestre, à la huitième place se trouve le magnésium. Le magnésium est un métal alcalino-terreux de numéro atomique 12 et de masse molaire 24,3050 g/mol, sa conductivité thermique est 156 W/m/K et son point de fusion 923 K. Pour les propriétés mécaniques, le magnésium pur a un module d'élasticité de 46,5 GPa et un coefficient de Poisson de 0,29.

Il n'est pas présent sur Terre sous sa forme élémentaire, mais sous forme de sels dans la mer ou sous forme de saumure et de minéraux dans la terre et la roche.

Le plus grand atout des alliages de magnésium est leur densité très basse, avec une masse volumique de 1,8 g/cm^3 pour le magnésium pur qui les place en tête des alliages les plus légers, devant les alliages d'aluminium (Al : 2,7 g/cm^3) et de titane (Ti : 4,1 g/cm^3).

Le magnésium possède une structure cristallographique hexagonale compacte (hcp : hexagonal close packed) dont les paramètres de maille sont 3,21 Å et 5,21 Å (figure I-1).



a = 3,21Å

c = 5,21Å

Figure I-1 : Maille hexagonale et définition des vecteurs $\vec{a}_1$, $\vec{a}_2$, $\vec{a}_3$ et $\vec{c}$ pour la notation à 4 indices.

Tous les alliages ayant une structure hcp se caractérisent par le rapport c/a de la maille cristallographique. Le comportement plastique et les propriétés de mise en forme seront différentes selon ce rapport (comme expliqué plus loin dans le paragraphe 'B. Mécanisme de déformation du Mg'). Celui du magnésium se situe dans la moyenne avec un rapport de 1,62 proche de la valeur théorique $\sqrt{(8/3)} \approx 1,63$, cette valeur correspond au rapport c/a lorsque les empilement d'atomes forment un tétraèdre parfait. Les rapports élevés sont de l'ordre de 1,85 pour le zinc par exemple, et les rapports faibles descendent à 1,5 pour le titane.

A.2. Les alliages de Mg

A.2.1. Composition

Il existe différents éléments qui peuvent être additionnés au magnésium. Suivant ces éléments les alliages sont nommés de différentes manières, on parlera de familles d'alliages. Les alliages sont nommés avec les lettres correspondant à leurs principaux éléments d'addition suivis du pourcentage des éléments. Ces éléments d'alliage sont l'aluminium (A), le zinc (Z), le manganèse (M), le silicium (S), l'yttrium (W), le zirconium (K), l'argent (Q), le thorium (H) et les Terres Rares (E) et les familles les plus courantes sont les AZ (ex : AZ31), les AM (ex : AM60), les AS (ex : AS41), les WE (ex : WE43) et les AE (ex : AE42).

Les propriétés de ces alliages de magnésium varieront selon les éléments d'addition et leurs proportions. Par exemple, l'aluminium améliorera la résistance mécanique de l'alliage, et le zirconium permettra un meilleur allongement à la rupture en traction, le manganèse apportera une bonne tenue face à la corrosion et le lithium allègera l'alliage.

A.2.2. Utilisation

Les alliages de magnésium sont utilisés dans différents domaines, ces domaines allant de l'automobile (jantes de roue, structures de siège et de porte et supports de direction de voiture,…), aux matériels et aux équipements pour le sport et le bricolage (raquettes de tennis, clubs de golf, dérailleur de vélo, éléments de tronçonneuse et perceuse,…), en passant par l'électronique (boîtiers d'ordinateur et de téléphone portable, enceintes de haut-parleur,…), les objets de la vie courante (armatures de valise, cannette en tant qu'élément d'alliage…) et bien sûr l'aviation et l'aérospatial (pièces d'ailes et trains d'atterrissage d'avion, structures de satellite,…) [M.E.]. Il existe deux procédés de mise en forme différents pour les alliages de magnésium : l'élaboration par fonderie et l'élaboration par corroyage.

Les alliages de fonderie : ce sont les alliages de magnésium les plus courants, ils sont utilisés, entre autres, dans les composants informatiques et les équipements portables et les objets divers pour les AZ, mais aussi pour l'automobile dans le cas des AM. Malgré tout les alliages de fonderie de magnésium sont peu résistants, leur limite d'élasticité est faible (guère au dessus de 100 MPa). [Lagrené 00]

Les alliages de corroyage : bien que difficile à mettre en œuvre, la mise en forme par corroyage est aussi appliquée pour les alliages de magnésium. Pour ce faire, seules quelques familles d'alliage peuvent être considérées. Les plus courantes sont l'AZ, et surtout les ZK ; par ailleurs les alliages Mg-Mn s'avèrent également être de bons matériaux de corroyage. Le corroyage se fait par extrusion ou par laminage, mais doit se faire à chaud (supérieur à 300 °C) à cause de la fragilité des alliages à température ambiante. [Bazile 85 et M.E.]

B. Mécanisme de déformation du Mg

A froid et à tiède la déformation du magnésium est accommodée par les mouvements de dislocations sur les plans de glissements. Toutefois le maclage tient une place importante pour la mise en forme de ce matériau et de ces alliages.

B.1. Système de glissement

Le glissement des dislocations est observé dans les plans cristallographiques denses. Dans ces plans, la direction de cisaillement cristallographique correspond à des directions cristallographiques présentant également une forte densité atomique. Plan et direction de glissement constituent un système de glissement. On désigne les familles de système de glissement par le nom du plan mis en jeu lors de ce glissement et par le vecteur de Burger associé, correspondant au déplacement relatif induit par la dislocation après son passage.

Les différents plans de glissement activables répertoriés dans le cas du magnésium sont le plan de base ($\{0001\}$), les plans prismatiques ($\{1\bar{1}00\}$) et les plans pyramidaux (première espèce $\pi1$ $\{10\bar{1}1\}$ et seconde espèce $\pi2$ $\{11\bar{2}2\}$), dont les vecteurs de Burgers sont les suivants <a> et <a+c> (Figure I-2) [Agnew 05, Mayama 09 & Staroselsky 03].

L'activation de ces systèmes dépend à la fois de la contrainte seuil de cission pour avoir le glissement (Critical Resolved Shear Strain : CRSS) et du facteur de Schmid.

Le facteur de Schmid en traction se détermine par $F=\cos\varphi.\cos\lambda$ dont φ est l'angle entre la normale au plan de glissement et l'axe de sollicitation et où λ est l'angle entre la sollicitation et le vecteur de Burgers du glissement concerné. Il permet de lier la contrainte macroscopique appliquée à la contrainte de cisaillement dans le plan et la direction de glissement : $\tau = F \cdot \sigma$. Si son Facteur de Schmid est nul, un glissement ne pourra pas être activé.

La CRSS correspond à la contrainte seuil dans le plan de glissement et dans la direction de glissement, à partir de laquelle les dislocations commencent à se déplacer. Plus la CRSS sera faible, plus le système est facile à activer.

Le rapport entre les CRSS des différents plans de glissement permet de déterminer si un plan sera facilement activé par rapport à un autre. Il faut pour cela qu'il ait une CRSS largement inférieure. Dans une structure cristallographique hexagonale compacte, le principal système de glissement à froid est le glissement basal : plan $\{0001\}$ associé à l'une des directions $\vec{a}_1$, $\vec{a}_2$ ou $\vec{a}_3$ (figure I-1).

Pour le magnésium et ses alliages, le rapport entre le CRSS du plan basal et ceux des autres plans peut dépasser 100 [Clausen 08], ce qui signifie que ces autres plans ne pourront que difficilement être activés. A noter toutefois que Agnew et al. [Agnew 05] démontre en utilisant un essai de traction suivant l'axe $\vec{c}$, que dans le cas d'un alliage d'AZ31 à température ambiante le rapport des CRSS entre les plans basal et prismatique est de 2,5. Ainsi le rapport n'étant pas excessif, il reste quelques possibilités que le glissement suivant le

plan prismatique soit activé pour cet alliage particulier, bien que celui selon le plan basal soit largement favorisé.

Les possibilités d'activation des autres systèmes de glissement peuvent aussi, dans certains cas, dépendre du rapport c/a. Par exemple, si le rapport c/a est plus important, les systèmes de types pyramidaux seront moins inclinés par rapport à l'axe $\vec{c}$. Ainsi lorsqu'une contrainte en traction est appliquée selon l'axe $\vec{c}$, la CRSS associée à ces plans sera moins importante. [Beausir 07]

Pour un polycristal, un grain nécessite l'activation de 5 systèmes de glissements indépendants pour accommoder intégralement les déformations et rotations imposées. Comme précisé plus haut, dans le cas d'un cristal de magnésium à température ambiante, il n'y a que le plan basal qui peut aisément être activé. Dans ce plan, seuls deux des trois vecteurs de Burgers sont indépendants.

En conséquence, le maclage sera un mode important de déformation pour ces alliages.

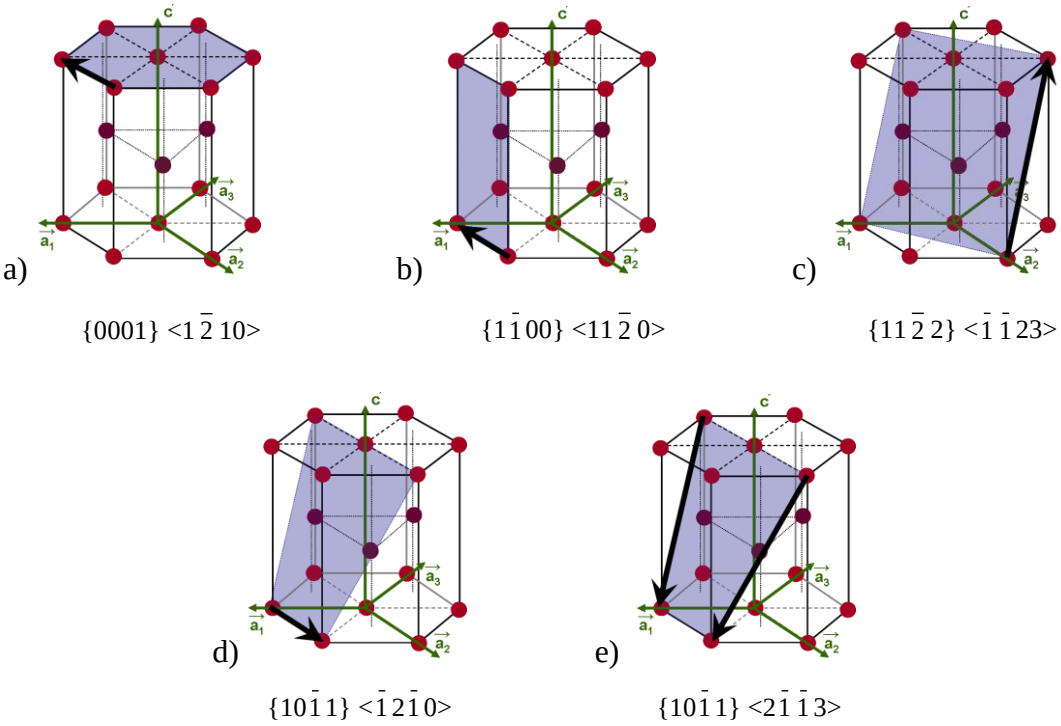


Figure I-2: Systèmes de glissement des structures hcp et leurs vecteurs de Burgers associés (flèches noires)

B.2. Maclage

B.2.1. Principe du maclage

Le maclage est un mode de déformation très répandu dans les alliages à structure hcp, à cause du nombre restreint de systèmes de glissement effectivement activables. La quantité de déformation portée par le maclage dépend directement du volume maclé.

Le maclage consiste en une réorientation locale des plans cristallins dans un grain, réorientation qui conserve la structure cristallographique du cristal. La zone maclée ('macle')

est reliée au grain qui la contient ('matrice') par un plan cristallin commun, appelé plan de maclage.

Une macle est définie par les invariants de la transformation que sont, d'une part, le plan de maclage, nommé K1 et, d'autre part, la direction de maclage, η1 [Christian 02].

Il existe un second plan spécifique appelé K2, qui subit une rotation mais qui n'est pas déformé durant le maclage. On peut représenter le maclage de la manière suivante (figure I-3) : le plan de maclage K1 est le plan à l'équateur d'une sphère, délimitant le volume qui restera inchangé (matrice) placé dans l'hémisphère Sud et le volume maclé dans l'hémisphère Nord. Durant le maclage, la zone maclée subit un déplacement parallèle au plan de maclage K1 qui reste ainsi invariant. Il n'existe qu'un seul autre plan inchangé, le plan K2, en ce sens où sa transformée K2' est en position de symétrie par rapport à la normale du plan K1 et conserve ainsi sa topologie. K2 et K2' sont séparés par une distance définie à la fois par la direction de maclage η1 et un demi angle qui détermine la quantité de déformation portée par la macle. Le plan K2 peut être irrationnel.

La direction η2 est aussi une donnée particulière au maclage, car toutes les droites contenues dans le plan K1 formeront le même angle avec η2 avant et après maclage. Cette remarque est aussi valable avec la direction η1 et toutes les droites contenues dans le plan K2.

Pour préserver la symétrie et la structure du cristal durant le maclage, les conditions à satisfaire sont d'avoir au moins une des trois combinaisons suivantes : K1 et η2 rationnels ou K2 et η1 rationnels ou bien K1, K2, η1 et η2 rationnels. [Honeycombe 84]

La macle de caractéristiques (K2, η2) est la macle conjuguée de la macle (K1, η1).

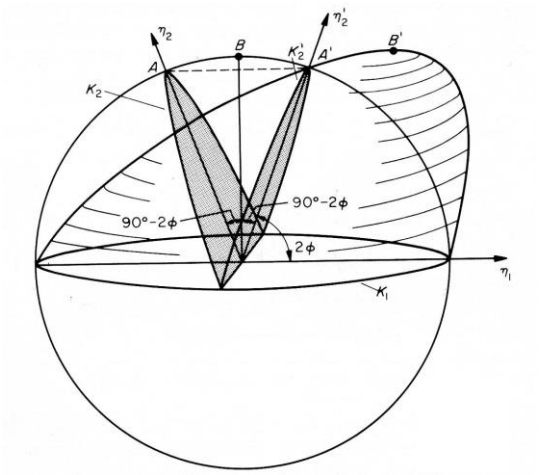


Figure I-3 : Géométrie du maclage [Honeycombe 84]

Durant le maclage, le mouvement de la maille primitive hexagonale est homogène. La Figure I-4 montre l'exemple sur une maille complexe cubique faces centrées (c.f.c.) avec un maclage {114}. Les configurations présentées en (a) et (d) correspondent respectivement à la matrice et à la macle. Pour passer de l'une à l'autre, une première étape consiste à cisailler l'ensemble de la maille de la configuration (a). Le résultat est présenté en (b). Durant cette

étape les atomes subissent tous un déplacement homothétique, mais alors seuls certains atomes de la maille atteignent leur position attendue dans la macle. Les autres atomes doivent subir un déplacement complémentaire pour atteindre leur position finale. Ils subissent ainsi des mouvements non homogènes qui peuvent aller dans des directions différentes pour différents atomes. Ces déplacements sont appelés 'schuffles'. La figure I-4c-i présente une première possibilité de 'schuffle' : tous les atomes centraux migrent dans la même direction, certains passent dans la maille voisine située au-dessus alors que d'autre arrivent de la maille du dessous. Une autre possibilité consiste à faire migrer les atomes dans des directions différentes tout en continuant les échanges avec les mailles voisines (figure I-4c-ii). Enfin une dernière possibilité, représentée dans la figure I-4c-iii, est que les atomes s'arrangent entre eux dans une même maille sans avoir recours aux échanges avec les mailles voisines [Christian 02].

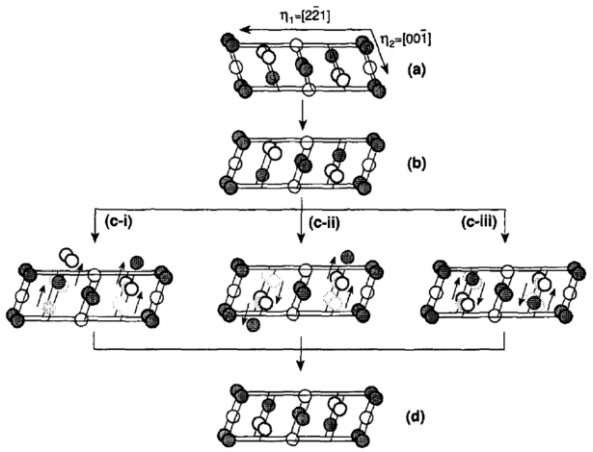


Figure I-4: Mécanisme du Schuffle dans le cas d'une macle {114} pour une structure cristallographique cubique faces centrées contenant une maille complexe [Christian 02]

B.2.2. Les systèmes de maclage

Christian [Christian 02] a répertorié et listé un grand nombre de macles observées ou prédites, pour les structures hexagonales compactes (tableau I-1). Afin de passer de la structure du grain à celle de la macle, les déplacements associés au 'schuffle' vont s'opérer. Ces déplacements nécessitent un élément descriptif supplémentaire, le paramètre "q", qui va dépendre de la fraction d'atomes à déplacer. Plus cette fraction est importante et plus q sera élevé. La valeur q est liée au nombre de plans réticulaires impliqués dans le maclage et quantifie la complexité du maclage.

Tableau I-1 : Liste des systèmes de maclage observés ou prédits pour les structures hcp [Christian 02]. Les plans et les directions irrationnelles sont notés "i". A noter que le cisaillement nécessaire à l'activation de la macle est appelé "s" alors que "γ" représente le ratio c/a.

K_1 { }	K_2 { }	η_1 ⟨ ⟩	η_2 ⟨ ⟩	s	q
$10\bar{1}2$	$\bar{1}012$	$10\bar{1}\bar{1}$	$\bar{1}01\bar{1}$	$(\gamma^2-3)/3^{\frac{1}{2}}\gamma$	4
$22\bar{4}1$	0001	$\bar{1},1,\bar{2},\bar{1}\bar{2}$	$11\bar{2}0$	$1/2\gamma$	4
$10\bar{1}1$	$10\bar{1}\bar{3}$	$10\bar{1}\bar{2}$	$30\bar{3}2$	$(4\gamma^2-9)/4(3)^{\frac{1}{2}}\gamma$	8
$10\bar{1}1$	i	i	$41\bar{5}3$	$(4\gamma^4-17\gamma^2+21)^{\frac{1}{2}}/2(3)^{\frac{1}{2}}\gamma$	4
$20\bar{2}1$	0001	$10\bar{1}\bar{4}$	$10\bar{1}0$	$3^{\frac{1}{2}}/2\gamma$	4
$11\bar{2}1$	0001	$11\bar{2}\bar{6}$	$11\bar{2}0$	γ^{-1}	2
$10\bar{1}\bar{3}$	$10\bar{1}1$	$30\bar{3}2$	$10\bar{1}2$	$(4\gamma^2-9)/4(3)^{\frac{1}{2}}\gamma$	8
$10\bar{1}3$	i	i	$21\bar{1}\bar{3}$	$(4\gamma^4-17\gamma^2+21)^{\frac{1}{2}}/2(3)^{\frac{1}{2}}\gamma$	4
i	i	i	i	$(4\gamma^4-21\gamma^2+36)^{\frac{1}{2}}/4(3)^{\frac{1}{2}}\gamma$	
({$10\bar{1}3$} 'double twinning')					
$13\bar{4}0$	$\bar{1}100$	$75\bar{2}0$	$11\bar{2}0$	$3^{-\frac{1}{2}}$	4
$13\bar{4}1$	$\bar{1}101$	i	$11\bar{2}0$	$(4\gamma^2+3)^{\frac{1}{2}}/2(3)^{\frac{1}{2}}\gamma$	4
$13\bar{4}2$	$\bar{1}102$	i	$11\bar{2}0$	$(4\gamma^2+3)^{\frac{1}{2}}/2(3)^{\frac{1}{2}}\gamma$	4
$22\bar{4}3$	0001	$11\bar{2}\bar{4}$	$11\bar{2}0$	$3/2\gamma$	4
$10\bar{1}4$	$10\bar{1}0$	$20\bar{2}1$	0001	$\gamma/3^{\frac{1}{2}}$	4
$11\bar{2}2$	$11\bar{2}\bar{4}$	$11\bar{2}\bar{3}$	$22\bar{4}3$	$2(\gamma^2-2)/3\gamma$	6
$11\bar{2}\bar{4}$	$11\bar{2}2$	$22\bar{4}3$	$11\bar{2}\bar{3}$	$2(\gamma^2-2)/3\gamma$	6
$30\bar{3}4$	—	—	—		
$11\bar{2}3$	—	—	—		

Un matériau de structure hcp ne va pas développer toutes les possibilités de maclage listées dans le tableau I-1.

Chaque matériau présente des spécificités. Ainsi Yoo [Yoo 81] note que l'apparition de certaines macles par rapport à d'autres sera influencée par le rapport c/a et le cisaillement nécessaire au maclage. Sur la figure I-5, les courbes représentent l'évolution de la valeur absolue du cisaillement obtenue après maclage (noté g) en fonction du rapport c/a (noté γ), pour les six types de maclage les plus fréquemment observés dans les matériaux hcp.

Chaque macle porte la même déformation que sa conjuguée comme par exemple les macles $\{10\bar{1}1\}$ et $\{10\bar{1}3\}$ dont le taux de cisaillement est donné par une expression unique en fonction du rapport c/a ($g = (4\gamma^2-9)/4(3)^{1/2}\gamma$). Cette figure permet en outre de classer les métaux hexagonaux les uns par rapport aux autres en fonction de γ. Pour chacun d'entre eux, l'intersection avec les courbes caractéristiques des systèmes de maclages considérés donne le cisaillement induit par la macle correspondante.

Lorsque les courbes ont une pente négative, la macle sera activée lorsque le grain sera sollicité en traction selon l'axe $\vec{c}$ et lorsque la pente est positive, elle sera activée alors que le grain subira une compression selon cet axe.

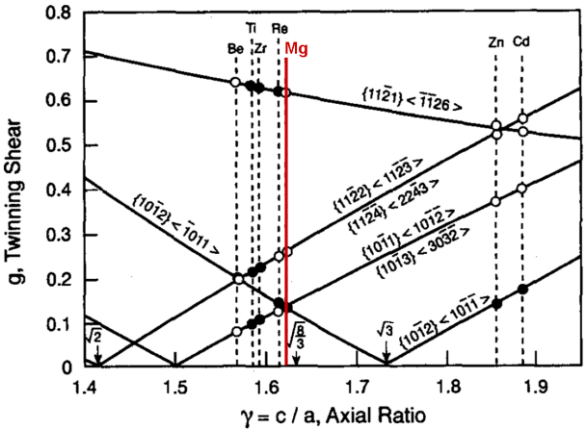


Figure I-5 : Taux de cisaillement associés aux maclages en fonction du ratio c/a (les points noirs indiquent les systèmes de maclage observés) [Christian 02]

Dans le cas du magnésium, les macles pouvant être activées appartiennent aux systèmes $\{10\bar{1}1\}$, $\{10\bar{1}2\}$ et $\{10\bar{1}3\}$. Tous les systèmes donnent lieu en valeur absolue à un même taux de cisaillement de 0,13 (tableau I-2). Ces macles ont toutes été observées expérimentalement contrairement aux macles $\{11\bar{2}2\}$ et $\{11\bar{2}1\}$ dont les taux de cisaillement respectifs sont de 0,25 et de 0,63 (figure I-5) [Yoo 81]. Ces valeurs signifient que les trois différents systèmes de maclage susceptibles d'apparaître apporteront un taux de cisaillement quasi équivalent.

Une autre caractéristique importante des macles est qu'elles donnent lieu à une désorientation marquée du volume maclé par rapport à la matrice. Il est important de noter que les trois systèmes considérés plus haut pour le magnésium provoquent une rotation autour d'un seul et même axe $[11\bar{2}0]$ comme l'indique la figure I-6. Sur cette figure, les plans de maclage sont représentés en rouge. Par définition, ces plans sont parallèles et donc superposables entre la matrice (en bleu) et la macle (en vert).

Tableau I-2 : Listes des macles possibles dans le magnésium

Plan de maclage	**Axe de rotation**	**Direction de maclage**	**Désorientation**	**Cisaillement**	**Type de contrainte**
$\{10\bar{1}1\}$	$<11\bar{2}0>$	$<10\bar{1}\bar{2}>$	56,2°	0,1334	compression
$\{10\bar{1}2\}$	$<11\bar{2}0>$	$<10\bar{1}\bar{1}>$	86,3°	-0,1338	traction
$\{10\bar{1}3\}$	$<11\bar{2}0>$	$<30\bar{3}2>$	64,0°	0,1334	compression

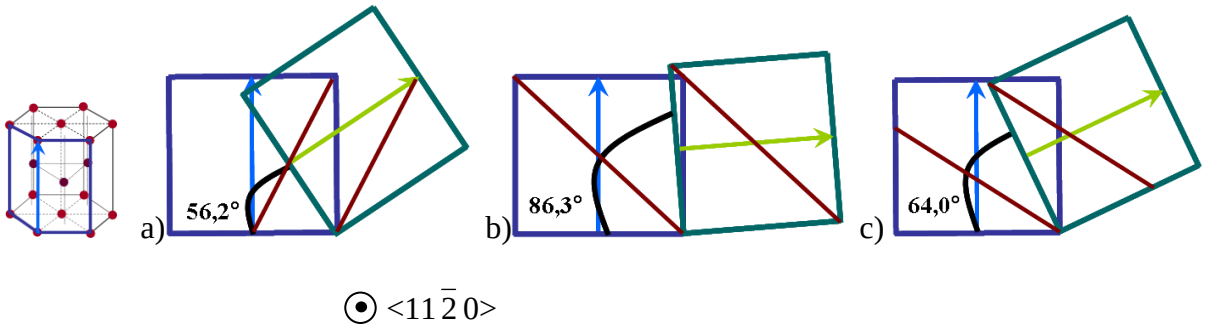


Figure I-6 : Géométrie des systèmes de macles (a) {10$\bar{1}$1}, (b) {10$\bar{1}$2} et (c) {10$\bar{1}$3} du magnésium

Les macles sont traditionnellement réparties en deux catégories selon le type des contraintes qui les font apparaître : les macles de traction, qui apparaissent préférentiellement lorsqu'une contrainte en traction est appliquée suivant l'axe $\vec{c}$. A l'opposé, les macles de compression se forment lorsque la structure hexagonale subit une contrainte en compression suivant l'axe $\vec{c}$.

Macles de traction

La macle la plus courante dans les alliages de magnésium est la macle {10$\bar{1}$2}. Pour le magnésium il s'agit d'une macle de traction. Pour cette macle, les plans cristallographiques subissent une rotation de 86° et les atomes associés se déplacent en suivant une direction <10$\bar{1}\bar{1}$> (tableau 2). Ce type de macle permet un allongement selon l'axe c de la maille matrice et donc un allongement supplémentaire lors d'une déformation en traction [Barnett 07-a, Jiang 07].

Macles de compression

A l'opposé de la macle de traction, ce type de macle se forme essentiellement en compression. Pour le magnésium, la macle de compression par excellence est la macle {10$\bar{1}$1} qui s'accompagne d'une désorientation de 56,2° autour de la direction <11$\bar{2}$0>. Une autre macle de compression possible pour les alliages de magnésium est la macle {10$\bar{1}$3} désorientée autour du même axe d'un angle de 64° (tableau I-2) [Barnett 07-b, Ando 10]. Ce type de macle provoque une réduction selon l'axe c et un allongement selon les autres axes.

B.2.3. Double macle

Sous l'action d'une contrainte appliquée sur le matériau, les mécanismes de maclage présentés précédemment peuvent se combiner pour accommoder au mieux la déformation. On observera donc des macles dites doubles. Pour un alliage de magnésium, les doubles macles les plus courantes correspondent à l'activation successive d'une macle de compression et d'une macle de traction [Jiang 07]. La désorientation des doubles macles sera donc l'addition des désorientations individuelles de chacune des deux macles. La deuxième macle se propagera dans la zone délimitée par la première macle, allant jusqu'à la transformer complètement et effaçant ainsi l'essentiel de son existence. Ceci peut porter à

confusion lors de l'identification du système de maclage car la double macle a toutes les caractéristiques morphologiques d'une macle simple. Toutefois, il arrive que quelques petites zones de la première macle subsistent, ne laissant plus aucun doute sur le double maclage. Un exemple de ce type de double macle est montré dans le schéma de la figure I-7 où une première macle $\{10\bar{1}1\}$ est apparue, formant une désorientation de 56,2° (illustré par l'angle entre son plan basal et celui de la matrice) ; puis la seconde macle $\{10\bar{1}2\}$ se propage dans la première avec une désorientation de 86,3° par rapport à celle-ci, ce qui donne au final une double macle avec une désorientation de 37,5° par rapport à la matrice.

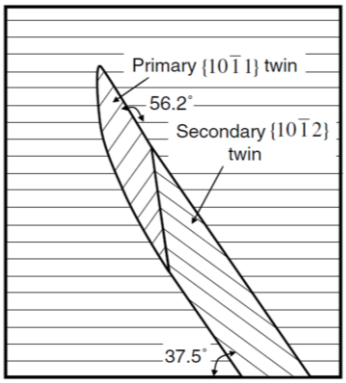


Figure I-7 : Principe de la double macle [Barnett 08, d'après Hartt 67]

Il existe principalement deux types de double macle pour les alliages de magnésium, chacun d'eux est composé d'une première macle de compression suivie par une deuxième macle de traction : la double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$, illustré précédemment, qui donne une désorientation de 37,5° par rapport à la matrice et la double macle $\{10\bar{1}3\}$-$\{10\bar{1}2\}$ dont la désorientation associée est de 29,7°. Ces deux types de doubles macles sont illustrés par la figure 8 où l'on peut voir que la rotation de la maille se fait autour de l'axe <11$\bar{2}$0>.

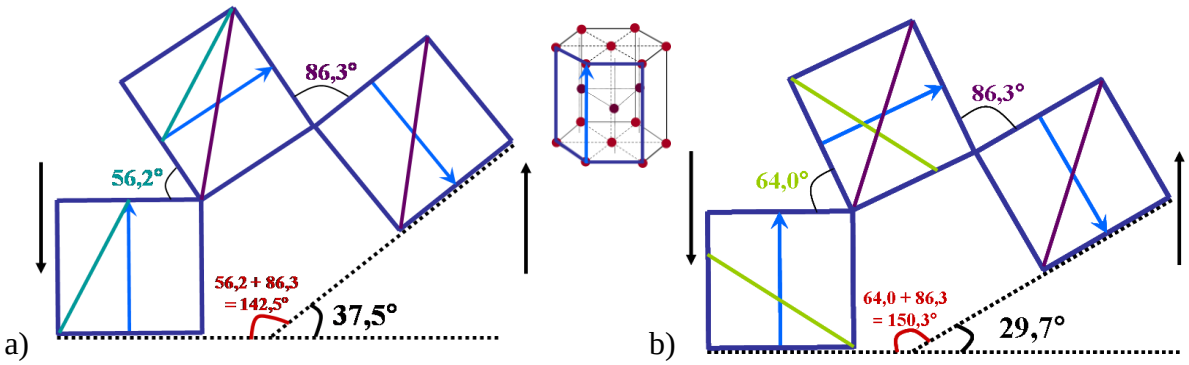


Figure I-8 : Doubles macles (a) $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ et (b) $\{10\bar{1}3\}$-$\{10\bar{1}2\}$ du magnésium. Les flèches noires symbolisent la rotation finale observée

Dans une maille hexagonale, après un premier maclage de plan $(10\bar{1}1)$ (figure I-9a), il existe pour le second maclage 6 plans équivalents de la famille de plans cristallographiques $\{10\bar{1}2\}$. Le plan le plus courant est le plan $(10\bar{1}2)$, les cinq autres plans sont obtenus en

permutant les indices h, k et i ($(1\bar{1}02)$, $(0\bar{1}12)$, $(\bar{1}012)$, $(\bar{1}102)$ et $(01\bar{1}2)$) (figure I-9b-g). Suite à une première macle $\{10\bar{1}1\}$, il y a donc 6 possibilités différentes pour obtenir une double macle en activant le second maclage $\{10\bar{1}2\}$. La double macle la plus courante est $(10\bar{1}1)$-$(10\bar{1}2)$ avec une désorientation de 37,5° avec la matrice. Les autres doubles macles $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ ont des désorientations différentes avec la matrice, le Tableau I-3 indique ces angles obtenus à la fin des six variantes de ce double maclage, ainsi que les directions de maclage correspondantes [Beyerlein 12, Barnett 08 & Cizek 08].

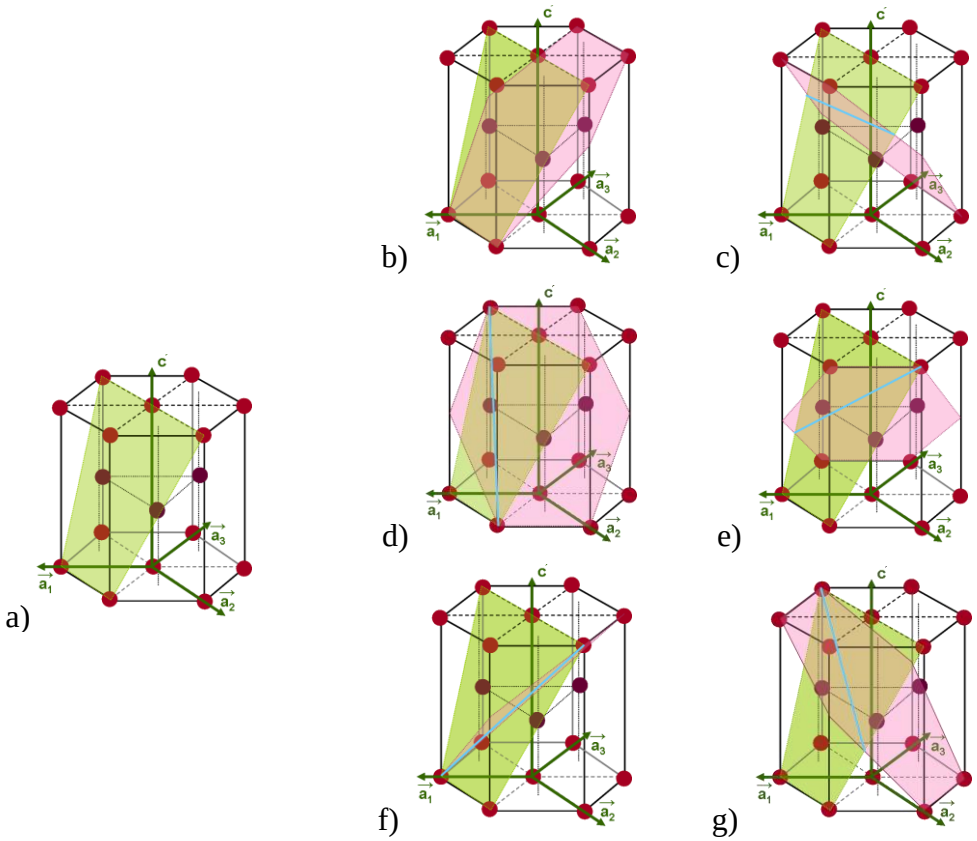


Figure I-9 : Plans (a) de la première macle $(10\bar{1}1)$ suivis des secondes macles (b) $(10\bar{1}2)$, (c) $(\bar{1}012)$, (d) $(01\bar{1}2)$, (e) $(0\bar{1}12)$, (f) $(1\bar{1}02)$ et (g) $(\bar{1}102)$

Tableau I-3 : Désorientation des différentes doubles macles $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$

Plan de seconde macle	Désorientation	Direction de maclage
$(10\bar{1}2)$	37,5°	$[1\bar{2}10]$
$(\bar{1}012)$	30,1°	$[1\bar{2}10]$
$(01\bar{1}2)$	69,9°	$[2\bar{4}21]$
$(0\bar{1}12)$	66,5°	$[5\bar{9}43]$
$(1\bar{1}02)$	69,9°	$[2\bar{4}21]$
$(\bar{1}102)$	66,5°	$[5\bar{9}43]$

L'apparition préférentielle d'un mode de double maclage $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ dépendra de l'orientation et du type de contrainte, traction ou compression, appliquée au matériau. Tout comme les systèmes de glissement, les macles possèdent l'équivalent d'un facteur de Schmid qui devra être différent de zéro pour que la macle soit activée. Un effet non-Schmid, se caractérisant par un facteur de Schmid nul, peut être observé pour la seconde macle, Barnett [Barnett 08] associe cet effet au fait que pour pouvoir croître, la seconde macle $\{10\bar{1}2\}$ doit prendre un plan de maclage qui lui est imposé par la première macle. Ainsi la variante donnant une désorientation de 37,5° est la plus favorable car les plans de maclage de la première et la seconde macle sont proches, ce qui limite les incompatibilités de déformation.

C. Le laminage

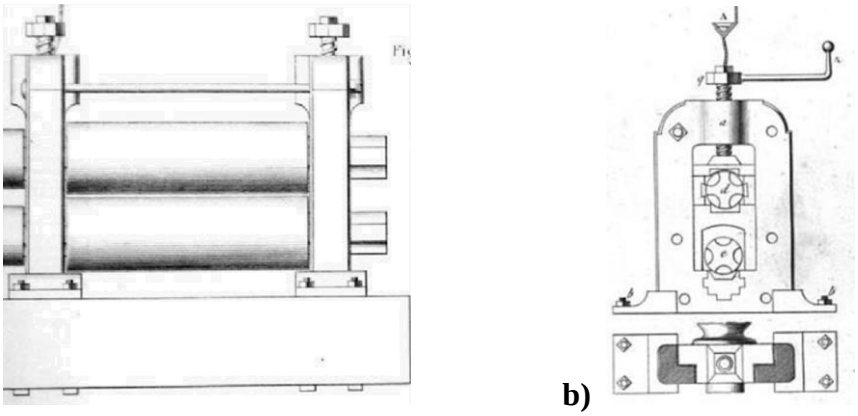
C.1. Présentation du laminage

Le laminage est un procédé de mise en forme couramment utilisé pour divers matériaux métalliques, en particulier les aciers, les alliages d'aluminium et de cuivre. Cette méthode a pour principe de passer une plaque d'un matériau donné, qui aura préalablement subi une première mise en forme ou qui sera brut de fonderie, entre deux ou plusieurs cylindres, qui tournent sur leur axe. L'espace entre les cylindres, appelé entrefer, est plus réduit que l'épaisseur de la tôle du matériau. Le métal se trouve entraîné entre les cylindres par les forces de frottements. Le but est de réduire l'épaisseur de la plaque par déformation plastique.

Le procédé de mise en forme par laminage est vieux de plusieurs siècles. La première trace écrite remonte au XVème siècle avec un schéma réalisé par Léonard de Vinci, représentant un appareillage pour laminer des bandes de plomb utilisées dans les vitraux, c'est pourquoi il serait reconnu comme l'inventeur du laminoir. [Alberny 07]

Les laminoirs étaient utilisés à froid par les orfèvres avec des métaux mous tels que l'Or ou l'Argent. Dès le début du XVIème siècle, l'utilisation du laminage s'étend avec la mise en forme de matériaux plus résistants tels que le fer et les aciers [Alberny 07].

A partir de la révolution industrielle du XIXème siècle, le laminage s'est développé de plus en plus dans l'industrie avec notamment les débuts du laminage à chaud, améliorant au passage la technique d'entraînement des rouleaux, jusque-là principalement effectué à la main, pour arriver à un essor de l'entraînement hydraulique ou à vapeur. Il faut attendre 1926 au Etats-Unis pour voir l'arrivée du premier laminoir équipé d'un train continu. Ce type de laminoir sera ensuite repris et amélioré, amenant un meilleur contrôle des différents paramètres ayant un impact sur le matériau final et ses propriétés pour arriver aux laminoirs industriels actuels. Parmi ces paramètres, citons la taille des rouleaux, leur rugosité, leur vitesse et la réduction appliquée [Alberny 07].



a) b)

Figure I-10 : Dessin d'un laminoir du début du XIXème siècle par Dufrénoy, vue de face (a) et de côté (b) [Flachat 35]

Jusqu'au milieu du XXième siècle, la principale finalité du laminage est la mise en forme. Pendant son passage dans le laminoir, la tôle s'allonge selon la direction de laminage, son épaisseur se réduit, quant à sa largeur elle augmente quelque peu, mais sa variation relative est nettement moins significative que dans les deux autres directions.

Une autre finalité est apparue à partir des années 1960. Le laminage, associé à des traitements thermiques adaptés, permet aujourd'hui d'optimiser la microstructure du matériau pour obtenir de meilleures propriétés [Montheillet 09]. Le processus de laminage provoque une déformation plastique importante qui entraîne une modification de la microstructure et de la texture du matériau, ce qui impacte sur les propriétés physiques et mécaniques du métal. Quelques exemples :

* lorsque la dernière passe de laminage est réalisée à froid, la contrainte à la rupture et la limite d'élasticité du matériau sont améliorées alors qu'en parallèle l'allongement à rupture diminue [Boutin 75].

* la ténacité des tôles laminées est augmentée en réduisant la taille des grains du matériau par une optimisation de la réduction par passe et de la température.

* la modification de la structure cristalline entraîne des variations des différentes propriétés initiales du matériau. Laminer à froid un matériau peut améliorer se résistivité électrique, par exemple pour l'aluminium pur, la résistivité augmente de 0,5 à 1 % lorsqu'il est laminé Jusqu'à 98 % de réduction. De leur côté, les matériaux ferromagnétiques voient leur aimantation rémanente et l'aire de leur cycle d'hystérésis augmenter durant le laminage [Boutin 75].

Dans le processus de laminage, il existe de nombreux paramètres qui pourront avoir une influence sur la microstructure et les propriétés du matériau. Ces différents paramètres sont :

* les rouleaux avec leur diamètre, leur vitesse, leur rugosité de surface et la lubrification. Une augmentation de la friction due à la surface des rouleaux provoquera une augmentation de contrainte durant le laminage. [Simões 08]

* le taux de réduction, entre chaque passe et total. Plus la réduction par passe sera grande, plus la pression dans l'entrefer sera forte. [Simões 08]

* la température de laminage, les recuits intermédiaires, des possibles combinaisons de laminage à chaud puis à froid.

* le temps d'attente entre chaque passe quand le laminage est fait à chaud.

C.2. Mécanique du laminage conventionnel

C.2.1. Introduction

Dans ce paragraphe, la géométrie considérée sera celle d'un laminoir à deux cylindres parallèles (Figure I-11). La tôle est amincie dans son épaisseur, dans la direction normale ND. Elle est entraînée par frottement dans la direction de laminage, notée RD (Rolling Direction), où elle va s'allonger. L'élargissement dans la direction transverse TD est considéré comme négligeable. La réduction de l'épaisseur se produit dans l'emprise, sur le secteur angulaire α des rouleaux (figure I-12).

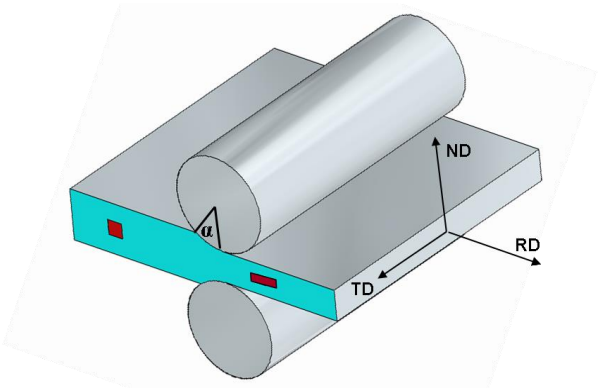


Figure I-11 : Schéma du principe de laminage de tôle avec deux cylindres parallèles

Les vitesses d'entrée et de sortie de la plaque dépendront de la vitesse des rouleaux, mais seront différentes de celle-ci. La conservation du débit de matière entre l'entrée et la sortie de l'emprise, associée à la réduction d'épaisseur, implique une vitesse de sortie Vs, au niveau de l'entrefer, plus grande que la vitesse d'entrée Ve. En l'absence de patinage, la vitesse d'entrée est inférieure à la vitesse tangentielle de la surface des rouleaux ($V = \omega R$), elle-même inférieure à la vitesse de sortie de la tôle. Il existe donc une épaisseur h pour laquelle la vitesse de la plaque sera identique à celle du rouleau ($hV = H_eV_e = H_sV_s$), la position angulaire φ_h correspondante est appelée point neutre (figure I-12). En laminage symétrique, ce point neutre se situe au même niveau sur les deux rouleaux, symétrique l'un à l'autre.

Les forces de frottement exercées par les rouleaux sur la tôle sont dirigées dans le sens de rotation des rouleaux avant le point neutre, elles entraînent la tôle. Elles agissent dans le sens opposé après. Elles s'annulent au point neutre.

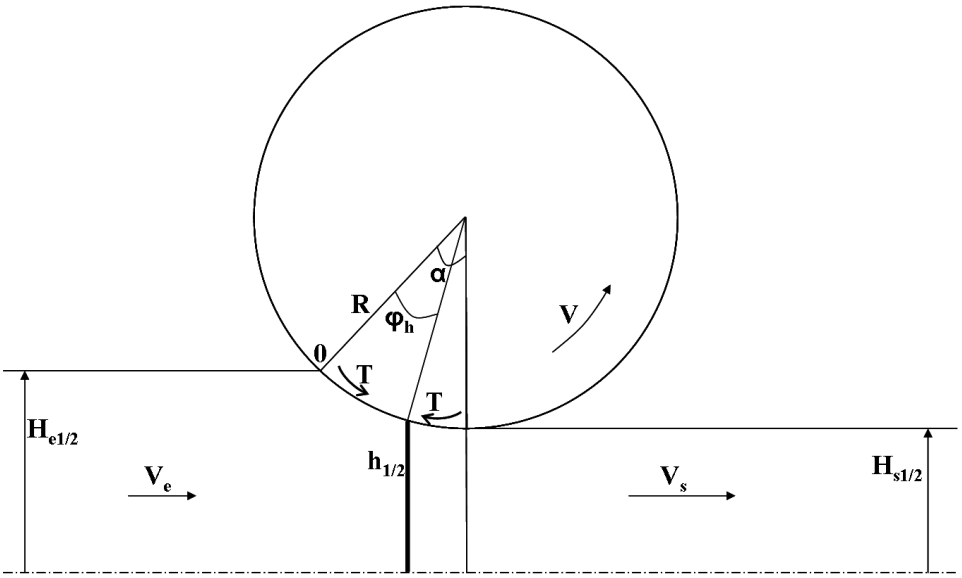


Figure I-12 : schéma d'un rouleau et de la moitié supérieure d'une plaque en cours de laminage. V, V_e et V_s sont les vitesses respectives de la surface du rouleau, d'entrée et de sortie, R est le rayon du rouleau et φ_h est la position angulaire du pont neutre. $H_{e1/2}$ et $H_{s1/2}$ sont les moitiés respectives des épaisseurs de tôle en entrée (H_e) et en sortie (H_s) des rouleaux et T représente les composantes de frottement du rouleau sur la tôle.

C.2.2. Répartition des pressions dans l'emprise

La méthode des tranches permet de modéliser la répartition des contraintes de compression sur la longueur de l'emprise dans le cas de tôles de faible épaisseur.

Dans l'hypothèse de déformation plane dans le plan (ND, RD), elle consiste à isoler une tranche de la tôle comprise entre les sections x et x + dx, de faire le bilan des forces extérieures qui lui sont appliquées et d'étudier son équilibre statique.

Les forces extérieures prises en compte sont les tensions en amont et en aval de la tôle, les forces de pression et de frottements dues aux rouleaux. Ces différentes sollicitations se traduisent respectivement par la présence des contraintes normales σ_x et $\sigma_x + d\sigma_x$ sur les faces de normales RD et -RD, les pressions P et les contraintes de cisaillement τ sur les surfaces en contact avec les rouleaux (figure I-13a). Avec l'hypothèse d'un frottement de Coulomb $\tau = \mu P$ (μ coefficient de frottement), l'intégration des équations d'équilibre, et la prise en compte des conditions aux limites, permettent de déterminer la répartition des pressions de contacts dans l'emprise.

La figure I-13b présente l'évolution de la contrainte de compression σ_{zz} ($\approx$ P pour α faible) en fonction de l'angle φ dans l'emprise pour le rouleau supérieur. Cette courbe est appelée 'colline de frottement'. φ est compris entre 0 et α qui correspond à la section de contact entre le rouleau et la plaque. La pression augmente à partir de chaque extrémité jusqu'à atteindre son maximum au point neutre.

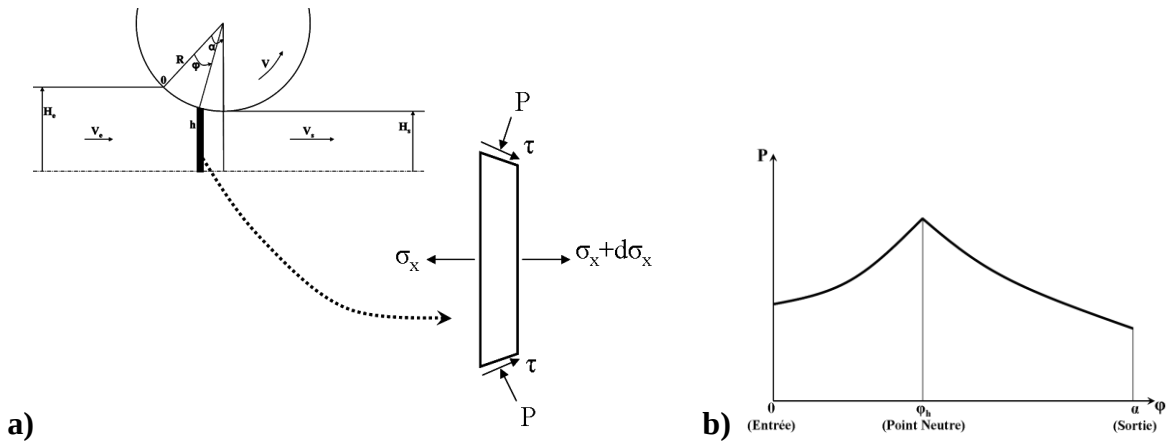


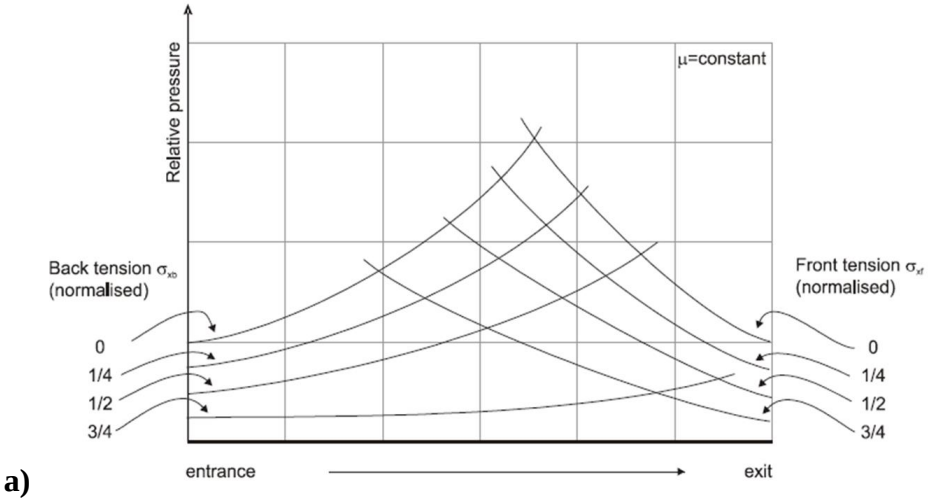
Figure I-13 : a) bilan des contraintes dans la méthode des tranches : P est la pression exercée par les rouleaux et τ la contrainte de cisaillement due aux frottements. b) schéma de la courbe de pression en fonction de l'angle φ.

La position du point neutre sera fonction :

* des tensions en amont et en aval de la tôle, comme le montre la figure I-14a. A tension amont constante, l'augmentation de la tension en aval de la tôle déplace le point neutre vers l'entrée de l'entrefer et abaisse la pression maximale. A tension avale constante, l'augmentation de la tension amont provoque également un abaissement de la pression, mais déplace le point neutre vers la sortie de l'entrefer.

* du coefficient de frottement μ (figure I-14b) : plus il sera élevé, plus la pression des rouleaux est importante et plus la position du point neutre se déplace vers l'entrée de l'entrefer.

* du rapport de réduction r, figure I-14c. Son augmentation provoque un effet similaire au coefficient de frottement.



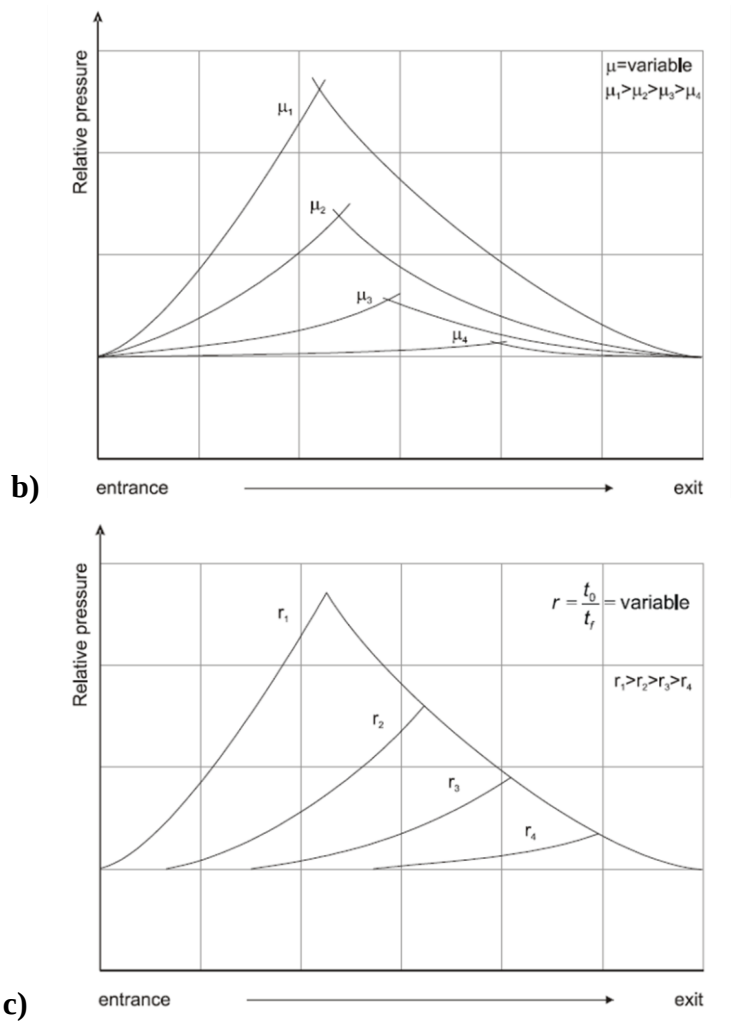


Figure I-14 : colline de frottement entre l'entrée et la sortie des rouleaux, dans le cas d'un laminage, suivant a) la tension présente à l'avant ou à l'arrière de l'échantillon, b) le coefficient de frottement et c) la réduction imposée (ici à épaisseur de sortie constante). ([Simões 08] d'après [Avitzur 83])

A partir de cette répartition des contraintes de compression, les relations suivantes sont déterminées [Montmitonnet 91]:

$$C = \int_0^L \mu P R \frac{dx}{\cos\theta}$$

$$F = \int_0^L P \frac{dx}{\cos\theta}$$

Ces équations permettent de déterminer respectivement le couple de laminage et l'effort de compression exercés par les rouleaux sur la tôle.

Cette méthode des tranches sera d'autant plus efficace et significative que la tôle sera fine et que les rouleaux auront un grand diamètre, car dans ces cas là, les forces de frottements seront plus importantes que les forces de compression. [Montmitonnet 91] et [Halloumi 11]

D'autres méthodes permettent d'analyser les problèmes de laminage. On peut citer :

* la méthode de la limite supérieure, qui consiste à minimiser l'énergie de déformation obtenue à partir du calcul des lignes d'écoulement. Elle donne accès aux composantes locales du tenseur de contrainte et déformations.

* la méthode des éléments finis est plus complexe à mettre en œuvre, mais elle ne se limite pas aux tôles minces. Elle permet de valider la méthode des tranches pour les tôles de faibles épaisseurs.

C.3. Evolution de la microstructure du matériau pendant le laminage

C.3.1. Introduction

Comme évoqué dans la première partie de ce chapitre, la déformation plastique des métaux résulte du mouvement des dislocations et du maclage.

A basse température relative, T/Tf < 0,3, où Tf est la température de fusion du matériau, les phénomènes d'annihilation des dislocations sont limités et leur production n'est pas compensée. La densité des dislocations augmente donc avec la déformation : de l'ordre de 10^5 cm^{-2} pour un polycristal recuit, elle passe à 10^{13} cm^{-2} pour un matériau très déformé. Le matériau s'écrouit, sa contrainte d'écoulement augmente et sa déformation avant rupture est limitée.

Avec l'accroissement de la température, pour T / Tf supérieure à 0,5, différents mécanismes vont permettre d'équilibrer les termes de production et d'annihilation des dislocations, menant ainsi à des contraintes d'écoulement stables, d'autant plus faibles que la température sera élevée, et une possibilité de déformation plus importante :

* le mécanisme de diffusion lacunaire, thermiquement activée, va permettre aux dislocations de changer de plans de glissement (montée des dislocations, glissement dévié), favorisant ainsi les possibilités d'annihilation et de restauration.

* les différents mécanismes de recristallisation : statique, dynamique vont permettre de générer de nouveaux grains, exempts de dislocations, et modifier la microstructure.

Au cours du laminage à chaud, la recristallisation statique intervient après l'étape de déformation, donc après le passage entre les rouleaux (cf. figure I-15a). La recristallisation dynamique se déroule pendant la phase de déformation, avant que l'épaisseur de la tôle n'atteigne sa valeur de sortie de laminoir (figure I-15b).

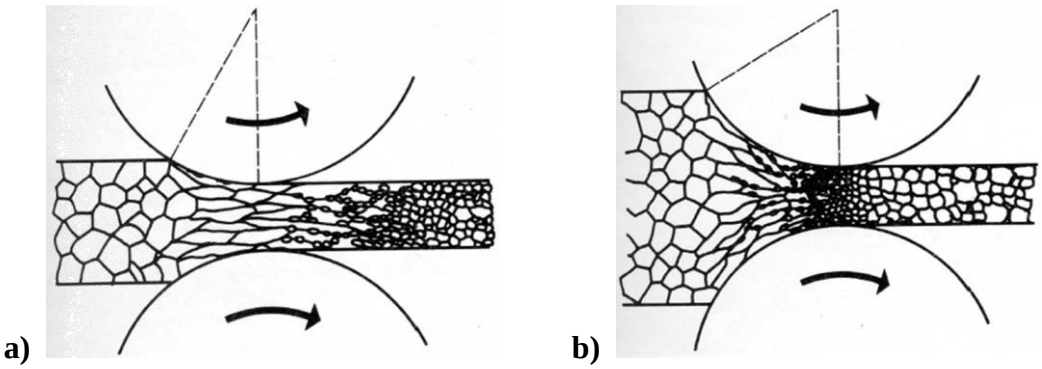


Figure I-15 : Schéma de la recristallisation statique (a) et dynamique (b) durant le laminage. [Le Bon 75]

C.3.2. Recristallisation statique

Ce type de recristallisation intervient à l'issue de la déformation, lorsque la densité de dislocation est grande, après un temps d'incubation, alors que le matériau est toujours en température ou bien pendant un traitement thermique après laminage.

La libération de l'énergie stockée par les dislocations provoque la formation de germes, généralement dans le voisinage des joints de grains, qui vont croître jusqu'à rencontrer les germes voisins et ainsi former de nouveaux grains. La figure I-16 schématise la cinétique d'une recristallisation statique associée au processus de laminage à chaud. Les grains initiaux sont compressés durant le laminage, puis après une période d'incubation, il commence à y avoir nucléation aux joints de grains, enfin la microstructure s'homogénéise avec une taille de grain inférieure à celle des grains initiaux [Le Bon 75].

La fraction de grains recristallisés suit une loi d'Avrami en fonction du temps t [Montheillet 09]:

$$f_{recristallisation}(t) = 1 - \exp(-kt^n).$$

k (supérieur à 0) et n sont des paramètres distincts. La constante k dépend de la vitesse de germination, de la vitesse de croissance et de la géométrie de croissance des grains. Le coefficient d'Avrami, n, est fonction du mode de germination et de la géométrie de croissance des grains.

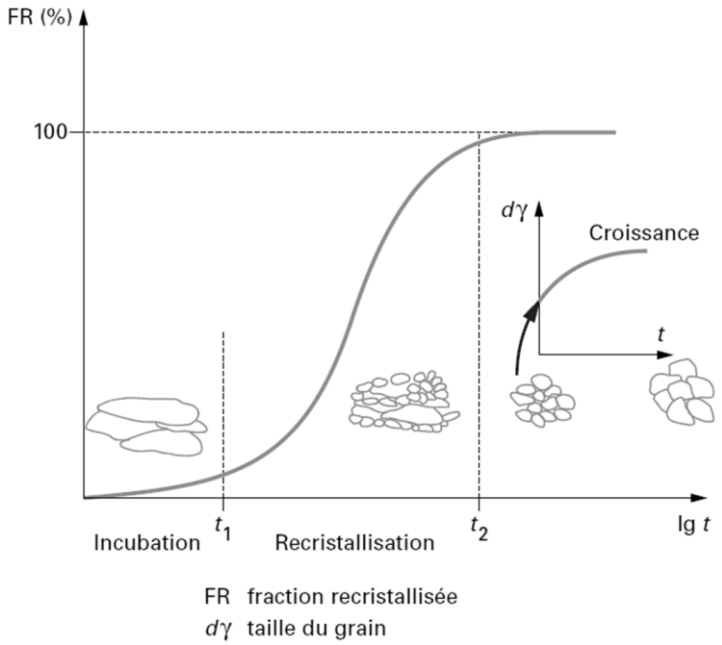


Figure I-16 : Schématisation de la cinétique d'une recristallisation statique. [Fabrègue 00]

Le phénomène de recristallisation statique est dépendant de la déformation préalablement appliquée. En deçà d'une déformation critique la recristallisation n'apparaît pas. Au-delà, la cinétique de recristallisation sera d'autant plus rapide et le nombre de germes important que la déformation préalable sera élevée. En conséquence, la taille des grains sera d'autant plus faible. Mais si le matériau est maintenu en température, le phénomène de grossissement de grains peut alors être observé. Ainsi une fois la recristallisation statique terminée, le matériau aura une microstructure homogène de petits grains sans dislocation. [Fabrègue 00]

C.3.3. Recristallisation dynamique

La recristallisation dynamique est fonction de la déformation ε. La fraction de grains recristallisés suit également une loi d'Avrami:

$$f_{recristallisation}(\varepsilon) = 1 - \exp(-k\varepsilon^n)$$

Il existe deux types de recristallisation dynamique, selon la valeur de l'énergie de faute d'empilement du matériau. Lorsque cette dernière est élevée ($\approx 10^{-1}$ J/m²), on observe la recristallisation dynamique continue. Lorsque le matériau présente une faible énergie de faute d'empilement ($\approx 10^{-2}$ J/m²), la recristallisation dynamique est dite discontinue. [Montheillet 09]

La figure I-17 représente schématiquement une courbe contrainte – déformation typique de la recristallisation dynamique continue.

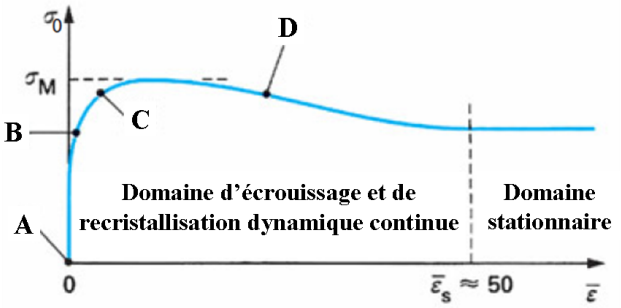
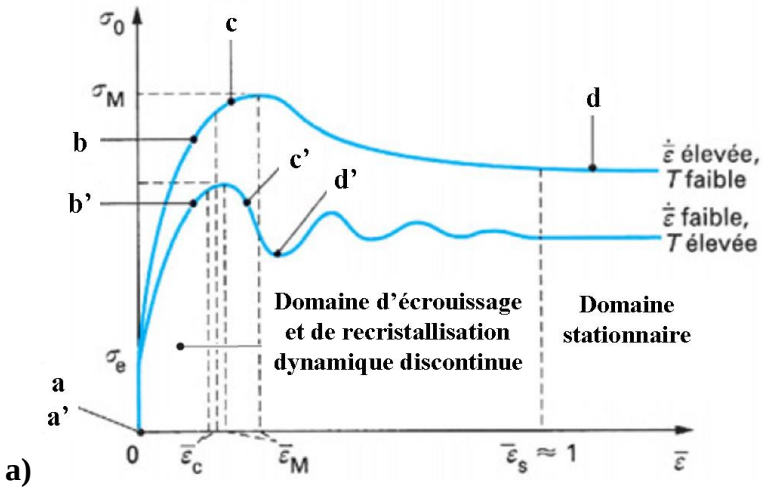


Figure I-17 : Schéma d'une courbe contrainte – déformation dans le cas d'une recristallisation dynamique continue [Montheillet 09]

La zone signalée entre les points A et B est la déformation élastique. A partir de B, l'élasticité du matériau ne suffit plus pour accommoder la déformation, et la plasticité entre en jeu, la densité de dislocations augmente. Ces dislocations ne se dissocient pas en raison de la forte énergie de faute d'empilement. Les mécanismes de montée et de glissement dévié opèrent et permettent aux dislocations de se regrouper au sein des grains, et ainsi donner des parois constituants des sous-joints séparant des sous-grains. Ces derniers sont caractérisés par une faible désorientation relative ($\theta < 15°$). On parle de restauration dynamique. Après avoir atteint la contrainte maximum, la déformation se poursuivant, les sous grains continuent à se désorienter les uns par rapport aux autres ($\theta > 15°$), les sous-joints se transforment en joints, formant ainsi une nouvelle microstructure composée de grains recristallisés plus petits qui vont se déformer à leur tour. La contrainte d'écoulement diminue et le système évolue vers un régime stationnaire qui n'apparaît qu'à de très grandes déformations ($\varepsilon \approx 50$) : le matériau se déforme alors sous une contrainte stable.

En augmentant la vitesse de déformation, les contraintes maximum et finales seront plus élevées. La déformation limite pour atteindre le domaine stationnaire sera plus importante.

La figure I-18a représente des courbes contrainte – déformation typique de la recristallisation dynamique discontinue.



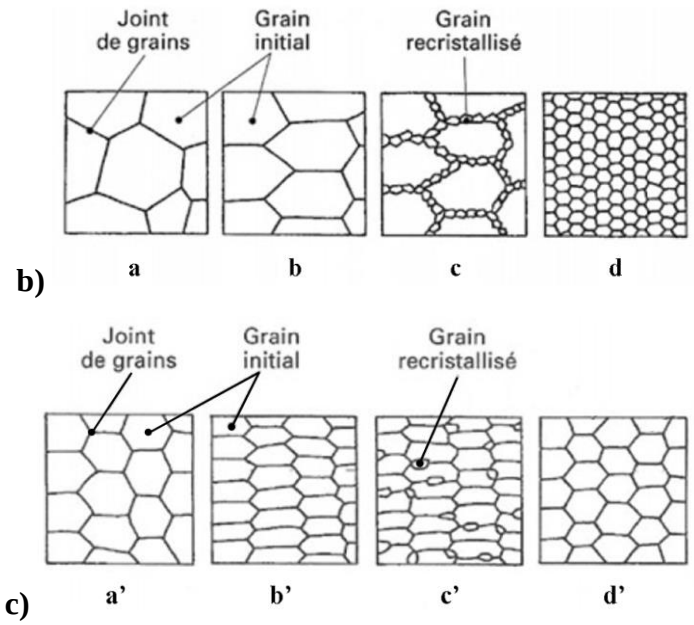


Figure I-18 : Schéma de courbes contrainte – déformation dans le cas d'une recristallisation dynamique discontinue (a), schéma de la microstructure pouvant être observée lors de la déformation : (b) à vitesse de déformation élevée et basse température et (c) à vitesse de déformation faible et haute température. [Montheillet 09]

Comme précédemment, la déformation plastique se traduit par une déformation des grains (figure I-18b-b et I-18c-b') et une augmentation de la densité de dislocations. La faible énergie de faute d'empilement autorise la dissociation des dislocations, rendant plus difficile la montée et le glissement dévié, limitant le regroupement en parois de dislocations. La situation est similaire à celle décrite pour la recristallisation statique. L'énergie stockée dans les dislocations se libère par la formation de germes, principalement au voisinage des joints de grains. Il y a alors deux mécanismes possibles dépendant de la vitesse de déformation et de la température :

* La recristallisation dynamique discontinue non synchronisée, associe une déformation importante et une température relativement peu élevée. Elle est décrite par la courbe contrainte – déformation supérieure de la figure I-18a. Des germes vont se former tout autour des joints de grains, en collier. Ces germes croissent simultanément et se bloquent rapidement les uns les autres pour former des grains recristallisés de tailles très inférieures à celle des grains initiaux figure I-18b-c. Ces nouveaux grains, exempts de dislocations se déforment à leur tour, provoquant une décroissance de la contrainte d'écoulement. Mais dans le même temps, des germes continuent à apparaître dans les grains initiaux, ce qui conduit à un état d'écrouissage très hétérogène dans les grains lorsque la recristallisation a gagné tout le volume des grains initiaux (figure I-18b-d). Le mécanisme se poursuit alors, la courbe contrainte – déformation atteint un régime stationnaire pour une déformation relativement faible ($\varepsilon \approx 1$).

* L'autre mécanisme, la recristallisation dynamique discontinue synchronisée, est observé lorsque la température est haute et la vitesse de déformation réduite. Elle est représentée par la courbe inférieure de la figure I-18a et l'évolution de sa microstructure en

figure I-18c. Dans ce cas, les germes qui se forment sont moins nombreux et peuvent croître davantage avant d'être stoppé par les germes voisins. Ils occupent alors la totalité du grain initial et présentent une taille plus importante que dans le mécanisme précédent (figure I-18c-d). Cette première phase de recristallisation étant achevée, la limite d'écoulement chute car tous les nouveaux grains sont exempts de dislocation. Elle va progressivement remonter avec l'écrouissage des grains recristallisés, jusqu'à une seconde phase de recristallisation qui s'opère simultanément dans tous les grains. Ce mécanisme de recristallisation synchronisée peut se répéter jusqu'à ce qu'un état stationnaire soit finalement atteint. Cet enchaînement de cycles donne une courbe contrainte – déformation dont la forme oscille en étant amortie. La microstructure finale obtenue à l'état stationnaire est homogène. [Montheillet 09]

C.3.4. Localisation de la déformation – Bandes de cisaillement

Au cours du laminage, les métaux de toute structure peuvent répondre à la sollicitation en créant des bandes de cisaillements. Ce phénomène est surtout observé à froid, pour de fortes déformations. Il se traduit par une déformation hétérogène, un cisaillement intense localisé dans de fines zones qui s'étendent sur plusieurs grains, ou qui parfois traversent toute l'épaisseur de la tôle dans le cas de très fortes réductions [Sevillano 80].

Dans le plan ND-RD, ces bandes de cisaillement forment des lignes obliques, proches de ±35° par rapport aux surfaces supérieures et inférieures (figure I-19). Entre les bandes de cisaillement, la déformation plastique du matériau est beaucoup moins prononcée. Une seule inclinaison peut également être observée.

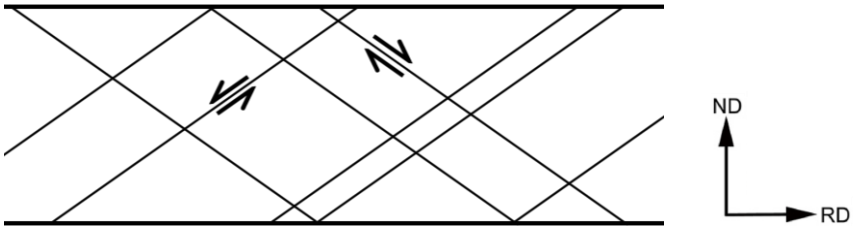


Figure I-19 : schéma de bandes de cisaillement dans la tranche d'un échantillon laminé

L'apparition des bandes de cisaillement est possible si l'énergie associée à la déformation hétérogène reste inférieure au travail virtuel nécessaire à la déformation uniforme du volume de la tôle. L'énergie associée à cette déformation hétérogène se décompose en :

* l'énergie de déformation plastique locale, dans les bandes de cisaillement,

* l'énergie d'interface (interfaces séparant les bandes du reste du volume),

* l'énergie d'accommodation des différentes déformations, entre les bandes et le reste du volume.

Sevillano et al. montrent qu'il est possible d'obtenir la déformation complète de laminage uniquement à partir des déformations localisées dans les bandes de cisaillement. Le

cisaillement $d\gamma$ d'une unique famille de bandes, occupant une fraction volumique f_{vb} de la tôle, inclinée d'un angle β, produit une déformation dans la direction de laminage :

$$d\varepsilon = f_{vb} \sin\beta \cos\beta \, d\gamma$$

Ce cisaillement se traduit également par une rotation Δβ des volumes entre les bandes (figure I-20). Pour une déformation plane Δε, l'angle initial β devient :

$$\beta_f = \arctan(\exp(-2\Delta\varepsilon)\tan\beta)$$

Cette rotation pourra avoir des conséquences sur la texture.

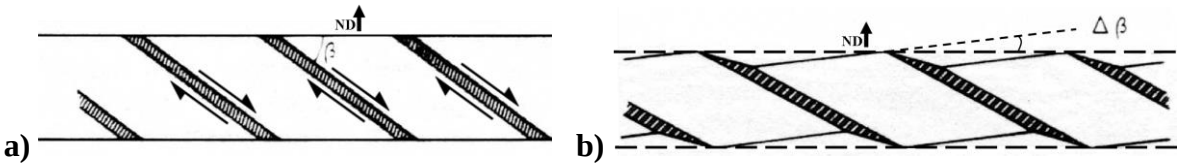


Figure I-20 : schéma d'une famille de bandes de cisaillement à leur apparition (a), puis après cisaillement (b), d'après Gil Sevillano et al. [Sevillano 80]

Le cisaillement localisé dans les bandes se traduit également par un cisaillement macroscopique de la tôle :

$$d\varepsilon_{12} = f_{vb} d\gamma \cos 2\beta .$$

Lorsque deux familles de cisaillement d'inclinaison ±β coexistent dans la tôle, les rotations et les cisaillements macroscopiques s'annulent.

Huang et al. [Huang 08-a] après laminage symétrique à chaud d'alliage de magnésium (AZ31), observe qu'une recristallisation intervient dans les bandes de cisaillement, menant à une microstructure hétérogène, avec des grains recristallisés de diamètre trois fois plus faible que dans le reste du volume. Les bandes présentent des inclinaisons de ± 25° par rapport à RD (figure I-21).

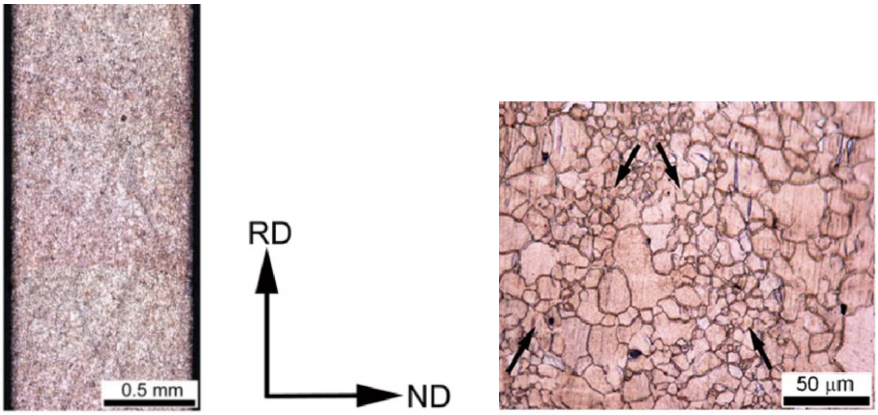


Figure I-21 : grains recristallisés dans les bandes de cisaillement d'un alliage AZ31 laminé à chaud vu sous deux grossissements [Huang 08-a]

C.4. La texture

Un effet important du laminage est son impact sur la texture cristallographique (voir le Chapitre 2 pour une définition de la texture cristallographique).

Les textures peuvent se classer en deux catégories : les textures d'écrouissage et les textures de recristallisation.

C.4.1. Texture d'écrouissage

La texture d'écrouissage est créée pendant la déformation. Dans le cas d'un matériau laminé à froid, si les grains ne montrent initialement aucune orientation préférentielle, après une forte réduction à froid une texture précise apparaît. Cette texture se forme malgré la distribution aléatoire de l'orientation des grains car la contrainte induite par le laminage n'est pas hydrostatique. Certains grains auront donc une orientation plus favorable que les autres pour accommoder la déformation, que ce soit par glissement ou par maclage. Cette disparité de réponses des grains aboutit à des orientations qui se démarquent, donnant ainsi une texture particulière au laminage.

La figure I-22 illustre l'apparition d'une texture possible pour un métal de structure CFC ; avant laminage les grains sont orientés aléatoirement et après laminage, une orientation définie et structurée est obtenue [Gurao 11].

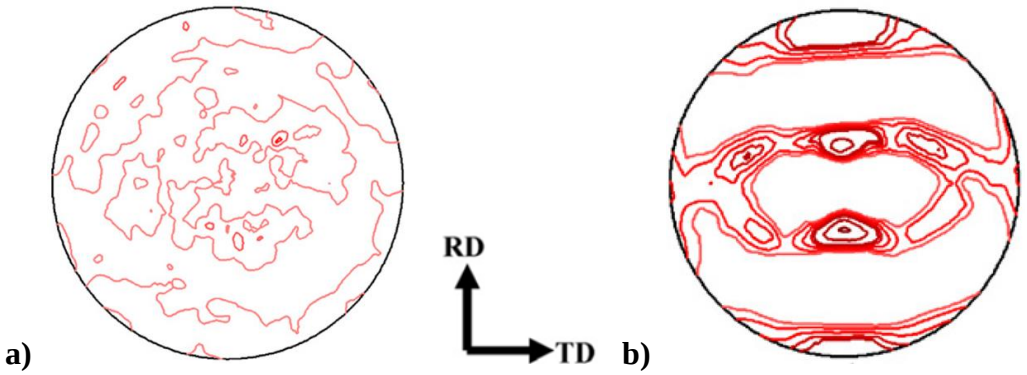


Figure I-22 : figure de pôles {111} d'un alliage de nickel avant (I_{max}=2) (a) et après (I_{max}=3) (b) laminage avec 20 % de réduction par passe [Gurao 11], texture de type cuivre.

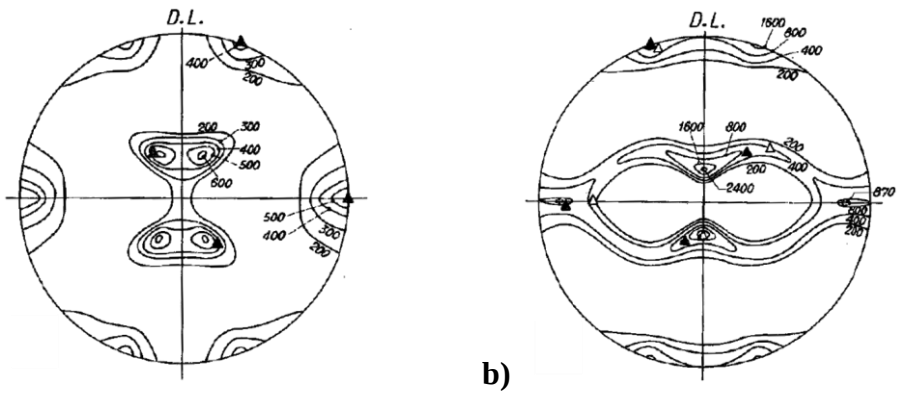
Selon le type de structure cristalline, des textures types apparaissent durant le laminage :

* pour la structure cubique faces centrées (CFC) la texture dépendra du rapport γ/G (γ correspond à l'énergie de défaut d'empilement et G au module de cisaillement) [Boutin 75].

Lorsque le rapport γ/G est faible, la texture est une texture de type laiton ({110} <1-12>) (figure I-23a), le plan {110} est parallèle au plan de la tôle et la direction <1-12> est alignée sur la direction de laminage (RD).

Quand au contraire le rapport γ/G est élevé, la texture est cette fois-ci de type cuivre ({123} <1-21> et {146} <21-1>) (figure I-23b).

Pour les rapports de valeurs intermédiaires, la texture sera à mi chemin entre le type laiton et le type cuivre.



a) **b)**

Figure I-23 : texture de type laiton (a) et cuivre (b) après écrouissage de 95 % et 96 % pour un CFC [Margerand 81]

* pour une structure cubique centrée (CC), la texture oscillera entre {001} <110>, {112} <110> et {111} <211>. Elle reste quasiment indépendante des conditions de laminage, par exemple de la température.

* dans le cas de la structure hexagonale compacte, la texture est fortement influencée par le ratio c/a [Margerand 81].

Si le ratio est inférieur ou proche de 1,633 correspondant à la compacité maximale, alors la texture sera de type {0001} <2-1-10>, le plan {0001} étant parallèle au plan de laminage et la direction <2-1-10> parallèle à la direction de laminage. Dans cette catégorie se trouvent entre autres le magnésium, le titane, le béryllium et le zirconium.

Quand le ratio est supérieur à 1,633, l'axe <0001> peut être incliné de 20 à 25° par rapport à la direction de laminage.

Il peut arriver que des macles apparaissent durant le laminage. Ces macles peuvent elles aussi avoir une influence sur la texture si elles sont présentes en très grande proportion.

C.4.2. Texture de recristallisation

La texture de recristallisation est obtenue à partir d'un matériau préalablement mis en forme, présentant initialement une texture d'écrouissage, lors d'un traitement thermique de recristallisation. Au cours de cette recristallisation, la texture peut évoluer de trois façons différentes.

Tout d'abord, elle peut rester telle qu'elle était à l'issue de l'écrouissage, par exemple la texture {0002} de l'AZ31, laminé de manière asymétrique puis chauffé pendant 1 h à 473 K (figure I-24a et 24b).

Elle peut se transformer en une autre texture, marquée, mais qui sera différente de la texture d'écrouissage, par exemple sur les figures I-24c et 24d, où l'alliage AA5754 est laminé avant d'être recristallisé à 623 K pendant 2 h.

Enfin il arrive que lors de la recristallisation, la texture d'écrouissage disparaisse pour laisser place à des cristaux orientés de manière totalement aléatoire (figure I-24e et 24f), en exemple, un alliage AA6111 laminé puis mis en solution à 833 K en 1 min.

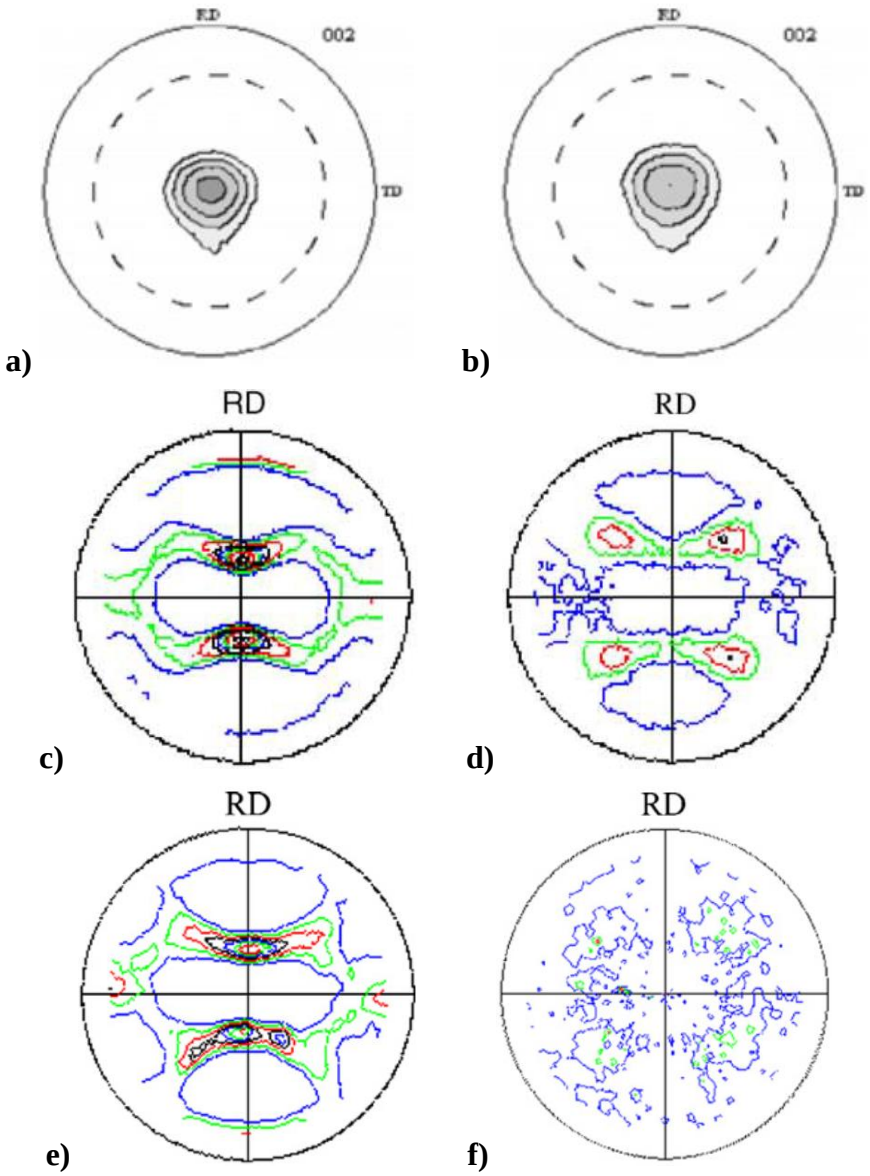


Figure I-24 : texture {0002} d'un alliage de magnésium AZ31 après laminage asymétrique (I_{max}=11,6) (a) puis chauffé à 473 K pendant 1 h (I_{max}=8,2) (b) [Kim 07],
texture {111} d'un alliage d'aluminium AA5754 après laminage conventionnel (I_{max}=5) (c) puis recristallisé à 623 K pendant 2 h dans un bain de sel (I_{max}=2,5) (d) [Jin 05],
texture {111} d'un alliage d'aluminium AA6111 après laminage conventionnel (I_{max}=4) (e) puis remi en solution à 833 K pendant 1 min dans un bain de sel (I_{max}=2) (f) [Jin 07]

Lorsqu'un matériau possédant une texture cristallographique déjà définie, issue d'un premier procédé de mise en forme est laminé, cette texture sera soit accentuée, soit modifiée. La texture se trouve accentuée quand les orientations préférentielles des grains orientés selon les directions de la texture persistent alors que les autres grains, n'ayant pas encore cette orientation, tendent à s'aligner avec leurs voisins. Cela sera le cas d'une tôle lors des réductions successives par laminage à froid. La modification de texture apparaîtra lorsque le matériau est laminé à l'encontre de son orientation préférentielle, favorisant ainsi d'autres grains mieux orientés, la texture s'en trouvera donc changée selon cette nouvelle orientation.

Dans le cas des alliages de magnésium, une forte texture cristallographique à orientation basale se développe lors de l'étape d'extrusion à chaud en sortie de coulée, lors de la réalisation des brames.

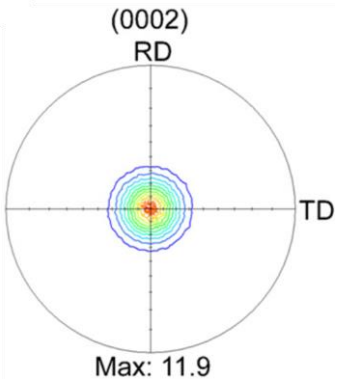


Figure I-25 : Texture (0002) d'un alliage AZ31, initialement mis en forme par extrusion, après laminage conventionnel [Huang 08-b]

Lorsque ce matériau fortement texturé est laminé de façon conventionnelle, c'est-à-dire en laminage symétrique, la texture n'est pas modifiée, elle garde une orientation basale comme montré par Huang avec un alliage AZ31 (Figure I-25) [Huang 08-b].

Dans ce même alliage le pic est parfois dédoublé ou étalé dans le sens de laminage (RD) [Watanabe 07, Horiuchi 10], d'autre fois la texture est bien centrée en un seul pic (figure I-25). Mais dans tous les cas, une texture obtenue par laminage symétrique montre elle-même une symétrie par rapport à la direction ND.

La présence de cette texture marquée va rendre la poursuite des réductions par laminage de plus en plus difficile. Cela s'explique par le fait que le système de glissement principal, dans le plan basal, ne peut pas être activé lorsqu'une compression parallèle à ND est appliquée.

Pour cette même raison, les tôles de magnésium laminées possèdent une capacité très médiocre pour être mises en forme par des procédés tels que l'emboutissage.

Une solution consiste alors à élever la température pour permettre d'activer les autres systèmes de glissement, pyramidaux et prismatiques, en diminuant leur cission critique. Le laminage conventionnel des alliages de magnésium est ainsi réalisé à chaud, 330°C à 350°C, avec de faibles réductions par passe.

Une autre possibilité consiste à modifier la texture basale pendant le laminage, par l'introduction d'une composante de cisaillement dans l'épaisseur de la tôle, générée par un laminage asymétrique.

C.5. Laminage asymétrique

C.5.1. Introduction

L'asymétrie dans le laminage peut être obtenue de différentes façons : il est possible d'appliquer des vitesses différentes aux deux rouleaux de même diamètre, ou encore d'appliquer une vitesse donnée à l'un des rouleaux et de laisser le second en 'roue libre'. Une autre solution consiste à travailler avec des rouleaux de diamètres différents, entraînés à la même vitesse. Une asymétrie dans l'adhérence des rouleaux sur la tôle peut également être considérée, par des rugosités ou des conditions de lubrifications différentes.

Le laminage asymétrique a été étudié par Johnson et al. dès 1966 [Johnson 66]. Ces auteurs ont introduit des asymétries dans le procédé de laminage pour en mesurer expérimentalement les conséquences sur la courbure de la tôle. Ces travaux ont permis de constater la réduction des efforts et des couples de laminage. C'est dans cette optique de réduire notablement la puissance consommée que les travaux de Ghobrial ont été menés [Ghobrial 89].

C.5.2. Mécanique du laminage asymétrique

Les différentes méthodes évoquées en laminage conventionnel ont été adaptées au laminage asymétrique. Elles permettent d'accéder aux calculs de l'effort et des couples de laminage. Elles montrent que les points neutres ne sont plus positionnés de manière symétrique sur les rouleaux. Dans le cas de rouleaux de même diamètre, mais de vitesses différentes, le point neutre est déplacé vers la sortie de l'emprise pour le rouleau le plus rapide, vers l'entrée pour le rouleau le plus lent (figure I-26).

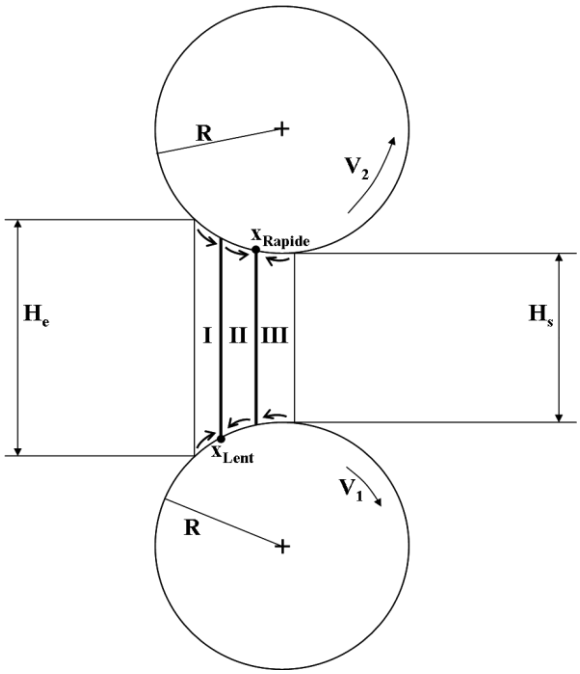


Figure I-26 : position des point neutres x_{Rapide} et x_{Lent} en laminage asymétrique ($V_1 < V_2$)

Dans la zone entre les points neutres (zone II), la vitesse de la tôle est inférieure à la vitesse du rouleau rapide, mais supérieure à celle du rouleau lent : les forces de frottement des rouleaux sur la tôle agissent alors dans des directions opposées, introduisant ainsi un cisaillement dans toute l'épaisseur de la zone II. Dans les zones I et III, la vitesse de la tôle y est respectivement inférieure et supérieure aux vitesses tangentielles des deux rouleaux. De plus, la position des points neutres ne correspond plus à la position des maxima de pression dans l'entrefer (figure I-27).

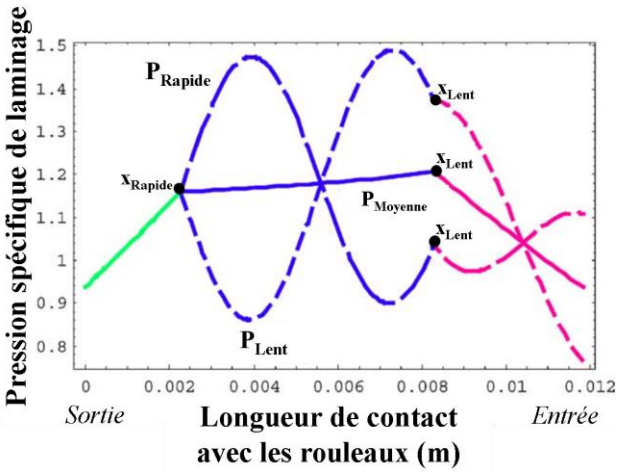


Figure I-27 : Répartition de pressions (pression du rouleau rapide, du rouleau lent et pression moyenne) dans l'entrefer d'après Salimi et al. [Salimi 04] calculée par la méthode des tranches. Epaisseur initiale de la tôle de 4 mm, réduction de 10 %, coefficient de frottement de 0,35, rayons des rouleaux de 350 mm et rapport de vitesse de 1,05. La pression moyenne est représentée en trait plein, la pression du rouleau rapide est en tirets longs et celle du rouleau lent, en tirets courts.

La position des points neutres diffère selon les conditions de laminage, en fonction, entre autres :

* *du rapport des vitesses*. Quand le rapport vitesse rapide / vitesse lente augmente, le point neutre situé sur le rouleau rapide se déplace vers la sortie de l'entrefer alors que le point neutre situé sur le rouleau lent se déplace vers son entrée.

* *du taux de réduction*. Pour une augmentation du taux de réduction de 5 à 10 %, Salimi et al. [Salimi 04] montrent, par la méthode des tranches, que la largeur de la zone II diminue, les points neutres des rouleaux lent et rapide s'éloignent respectivement de l'entrée et de la sortie. Cette tendance est vérifiée expérimentalement par Roumina et al. [Roumina 08].

C.5.3. Texture de laminage asymétrique pour les alliages de magnésium

Les travaux menés sur le laminage asymétrique des alliages de magnésium montrent une évolution de la texture par rapport à celle obtenue en laminage conventionnel.

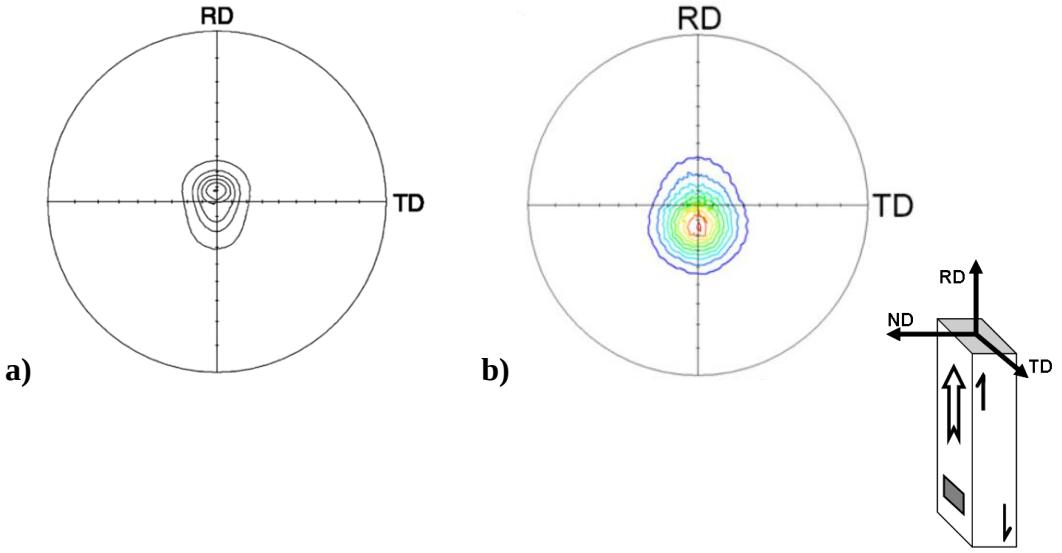
Dans le cas de l'AZ31, une rotation du pic de texture <0002> autour de la direction transverse (TD) est observée, mais les diverses études menées à ce sujet diffèrent entre elles sur la direction de désorientation. En effet, alors que Watanabe et al. [Watanabe 04, 07] notent un décalage d'environ 5 à 10° en direction de RD (figure I-28a), Huang et al. [Huang 08-a, 08-b] observent un décalage équivalent, mais à l'opposé de RD (figure I-28b). Kim et al. ne constatent, soit aucune rotation du pic de texture [Kim 05], soit une rotation de 3° en direction de RD [Kim 10].

Kim et al. [Kim 05] ont travaillé avec des rouleaux de diamètres différents, de rapport 1,5, à même vitesse angulaire, avec une vitesse tangentielle plus importante au niveau du rouleau supérieur. La tôle est préchauffée à 773 K pendant 10 min avant d'être laminée entre les rouleaux froids. Ils observent un étalement croissant du pic, à l'opposé de RD, lorsque l'on passe de la surface qui est au contact du rouleau supérieur à la surface médiane de la tôle, puis à celle en contact avec le rouleau inférieur.

Dans le second article de Kim et al. [Kim 10], le laminage est effectué entre rouleaux de même diamètre, chauffés à 473 K, pour un rapport de vitesses du rouleau supérieur / rouleau inférieur de 3. La tôle est soit chauffée à la même température et laminée en une passe, soit introduite froide entre les rouleaux et réduite à la même épaisseur finale en 2 passes. Les auteurs mesurent une intensité du pic {0002} la plus prononcée dans ce dernier cas. Ils ne commentent pas les rotations observées.

Cette différence pourrait toutefois être le simple résultat d'un manque de détail dans les publications. En effet, notamment pour les résultats de Huang et al. il n'est pas toujours précisé dans quel sens se fait le cisaillement et quel rouleau avait la vitesse la plus rapide.

Quoiqu'il en soit, une désorientation est observée dans tout les cas, que ce soit dans un sens ou dans l'autre.



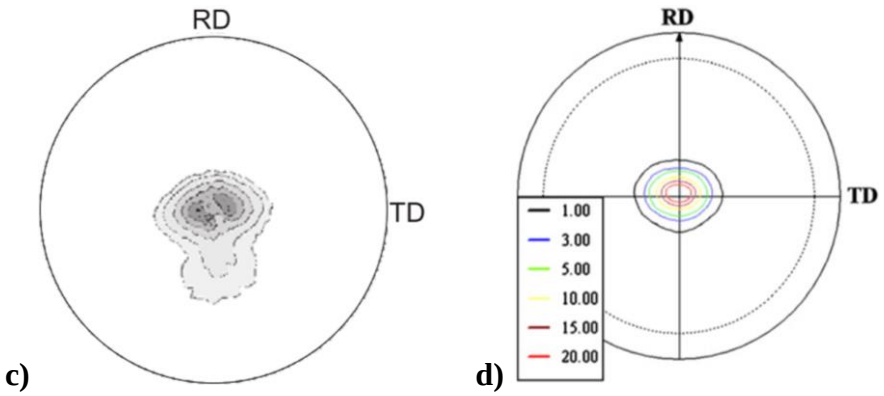


Figure I-28 : Textures (0002) d'un échantillon d'AZ31 obtenues après un laminage asymétrique a) après une réduction de 15 % en une passe à 473 K [Watanabe 07], b) après une réduction de 50 % en 8 passes à 573 K (I_{max}=10,2) [Huang 08-b], c) après une réduction de 42 % en une passe à 773 K (I_{max}=7,9) [Kim 05] et d) après une réduction de 73 % en 2 passes à 473 K (I_{max}=31) [Kim 10].

Watanabe et al. observent que la désorientation diminue avec l'augmentation de température : près de 8° à 473 K, 5° à 523 K, elle disparaît à 573 K. Les auteurs suggèrent que cette désorientation résulte de la rotation de structure cristalline qui pivote sous l'action de la composante de cisaillement.

Quant à Huang et al., ils attribuent cette désorientation à l'apparition de bandes de cisaillement qui se forment dans l'échantillon durant le laminage asymétrique. Ils n'observent qu'une seule orientation des bandes de cisaillement dans le plan (ND, RD), inclinées à l'opposé du cisaillement imposé (figure I-29).

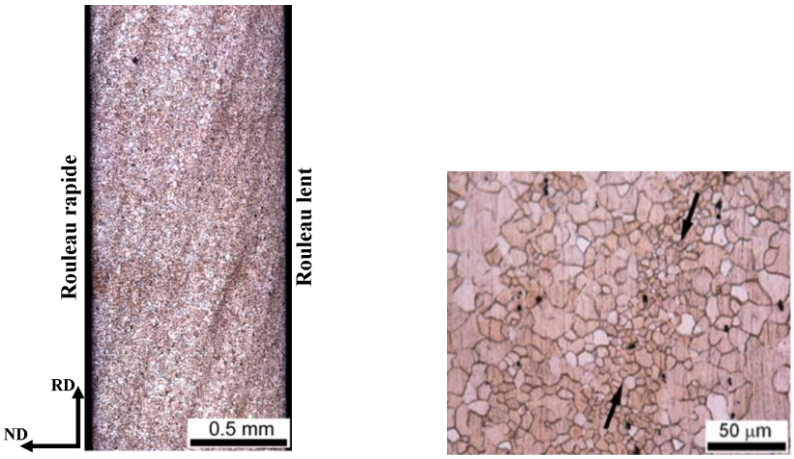


Figure I-29 : grains recristallisés dans les bandes de cisaillement d'un alliage AZ31 laminé à chaud de manière asymétrique, vu sous deux grossissements [Huang 08-a]

De plus, ils constatent à partir de mesures EBSD que le pic de texture désorienté à l'opposé de RD correspond aux grains des régions entre bandes, alors que les grains recristallisés dans les bandes de cisaillement présentent un pic de texture {0002} avec une rotation sur RD. Cette rotation des régions entre bandes est en accord avec le modèle de Gil Sévillano (figure I-20b).

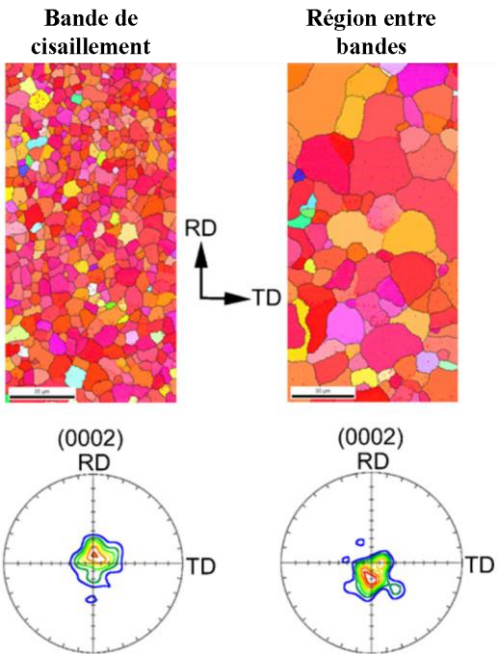


Figure I-30 : cartographie EBSD et texture {0002} des zones de bande de cisaillement et de région entre les bandes d'un échantillon laminé de manière asymétrique [Huang 08-a]

C.6. Conclusion

Dans ce chapitre, une présentation de l'état de l'art sur la déformation du magnésium et sur le processus de laminage a été donnée. Les points important à retenir sont les suivants.

Pour la première partie, le magnésium possède une structure hexagonale compacte permettant l'activation de différents plans de glissement. Les alliages de magnésium peuvent aussi accommoder les grandes déformations grâce au maclage.

Il existe différents types de maclage pour les structures hexagonales, allant de la macle simple à la double macle.

Dans la seconde partie, le laminage conventionnel à été présenté, ainsi que la complexité du mécanisme d'un tel procédé de déformation. Les alliages de magnésium ayant une texture initiale déjà bien définie, posent problème lors du laminage. Pour pallier ces problèmes, le laminage asymétrique est proposé en solution.

Le principe du laminage asymétrique a donc été présenté ainsi que son apport pour des alliages de magnésium lorsqu'il est réalisé à chaud.

Cette étude portera donc sur le laminage asymétrique d'un alliage de magnésium selon des conditions différentes de celles données dans la littérature.

Techniques de caractérisation et matériau

A. Matériau : AZ31

Dans ce travail, l'alliage étudié est un alliage de magnésium de type AZ, l'AZ31. Ses éléments d'alliage sont l'aluminium à hauteur de 3 %, le zinc avec 1 % et enfin 0,4 % de manganèse. Les paramètres de maille exacts de cet alliage sont : a = 3,197 Å et b = 5,194 Å.

Cet alliage a été fourni par Salzgitter Magnesium Technologie GmbH sous forme de tôles d'épaisseur 2 mm, obtenue par laminage symétrique à chaud suivi d'un traitement thermique à 618 K pour arriver à l'état "O". Dans ce type d'alliage AZ31, des précipités de moins d'un micron de Mg17Al12 ont déjà été observés [Yin 05], mais ces précipités sont mis en solution dans la matrice pour des températures supérieures à 473 K, ce qui sera le cas lors de la présente étude.

L'AZ31 utilisé pour ce travail est similaire à celui étudié dans la thèse de Rémi Boissière [Boissière 08]. Boissière avait observé des précipités d'aluminium – manganèse après laminage et remise en solution à 573 K. Ces précipités de 5 à 10µm sont regroupés en agglomérats et représentent moins de 1 % de la surface du matériau.

B. Laminoir

Le laminoir utilisé est un laminoir fabriqué à l'Université d'Aveiro au Portugal. Il est composé d'une base fixe avec une table d'introduction et une table de sortie, d'un panneau de contrôle et de deux rouleaux, à entrefer réglable, avec un moteur chacun (Figure II-1a). Les rouleaux ont tout les deux les mêmes dimensions, 300 mm de longueur et 180 mm de diamètre, et ont sur leur surface trois zones avec chacune une rugosité différente (Figure II-1b). La composante de cisaillement lors d'un laminage asymétrique est introduite par la différence de vitesse entre les deux rouleaux.

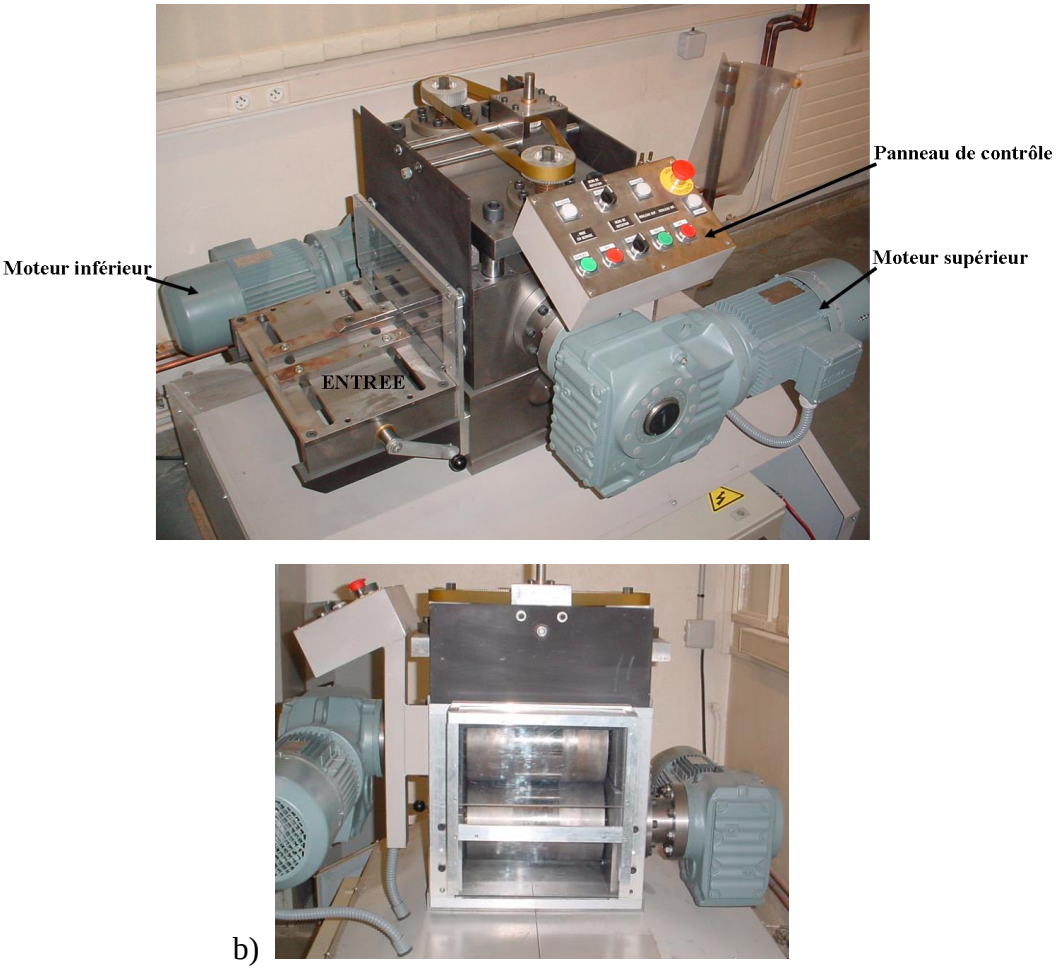


Figure II-1 : a) laminoir vue depuis l'entrée et b) ses rouleaux vus depuis la sortie.

La configuration du laminoir ne permet pas de se trouver à haute température durant le laminage. Les essais se déroulent donc tous à température ambiante. Néanmoins les échantillons peuvent être introduits chauds entre les rouleaux.

Les moteurs des rouleaux sont commandés par un logiciel conçu spécialement pour cette utilisation. La vitesse des rouleaux peut varier entre 1 et 15 tours/minutes, offrant des ratios de vitesse (Vitesse rouleau rapide / Vitesse rouleau lent) allant de 1 à 15.

Le réglage de l'entrefer se fait à l'aide de deux ensembles situés chacun à une extrémité du rouleau supérieur et composés d'une vis et d'un écrou. Une courroie permet de maintenir un déplacement parallèle du rouleau supérieur par rapport au rouleau inférieur. Ce mécanisme couplé à un capteur de déplacement, permet des réglages de réduction de l'ordre du 1/10ème de millimètre. L'entrefer est réglé selon l'épaisseur initiale de l'échantillon avant le début du processus de laminage ; l'échantillon est placé dans l'entrefer et le rouleau est amené au contact de l'échantillon, le zéro est ainsi fait.

C. Microscopie optique

Une observation par microscopie optique permet de donner un premier aperçu de la microstructure des échantillons. Afin d'être observés, les échantillons doivent être polis et la microstructure révélée par attaque chimique.

C.1. Polissage

Le magnésium est un métal très malléable dont les alliages se polissent très facilement et l'AZ31 ne fait pas exception. Cet état de fait présente l'inconvénient majeur de faciliter l'apparition de rayures lors de l'étape de polissage. Un autre problème lié au magnésium est l'impossibilité d'utiliser de l'eau ou toute autre solution aqueuse, sous peine de voir la surface s'oxyder au fur et à mesure du polissage.

Après découpe, les échantillons sont d'abord polis sur papier SiC à 800 puis 1200, correspondant à des tailles de grains de SiC d'environ 22 µm et 15 µm. Afin d'éviter un échauffement de l'échantillon et un dégagement de poussière durant ce polissage, de l'eau est normalement utilisée mais sera ici remplacée par de l'éthanol.

Ensuite le polissage continue sur tissus avec des particules de diamant en suspension dans des solutions à base d'huile. Il y a trois étapes, chacune avec une taille de particules et un tissu adapté à cette taille ; en premier ce sont des particules de 3 µm durant 5 minutes, puis de 1 µm pendant 4 minutes et enfin 0,25 µm pendant 3 minutes. Durant ces polissages avec particules de diamant, une polisseuse automatique est utilisée.

Entre chaque étape de polissage, que ce soit sur tapis SiC ou sur tissu, l'échantillon est rincé à l'éthanol puis séché.

C.2. Solution d'attaque

Une fois poli jusqu'à 0,25 µm, l'échantillon subit une attaque chimique pour révéler sa microstructure.

La solution d'attaque est composée de :

* 6 g d'acide picrique dissous dans 40 ml d'eau distillée
* 40 ml d'acide acétique
* 100 ml d'éthanol.

L'alliage réagit très vite avec cette solution. Un rinçage énergique à l'éthanol est requis après un temps d'attaque d'à peine 2 secondes.

Après cela, l'échantillon est prêt pour l'observation.

D. Analyse de texture cristallographique

La texture cristallographique d'un matériau est l'ensemble des orientations des grains de ce polycristal. Le matériau sera considéré comme texturé si ses grains présentent une

distribution non uniforme des orientations. A l'opposé, si les grains sont orientés aléatoirement et qu'aucune orientation ne se démarque, le matériau sera considéré comme non texturé.

D.1. Figures de pôles

La figure de pôles est une projection stéréographique permettant de représenter l'orientation d'un grain en considérant une famille de plans cristallographiques donnée.

Pour obtenir cette figure de pôles, la maille cristallographique est placée au centre d'une sphère comme le montre la figure II-2a pour une maille cubique. Toutes les directions normales aux plans de la famille de plans considérée (dans cet exemple <100>), percent la surface de la sphère dans l'hémisphère nord à des points donnés marqués 1, 2 et 3. Des droites sont ensuite tracées, passant par chacun de ces points et le pôle sud de la sphère. L'intersection de ces lignes et du plan à l'équateur donne les pôles 1', 2' et 3' qui forment la figure II-2b, appelée figure de pôles <100>.

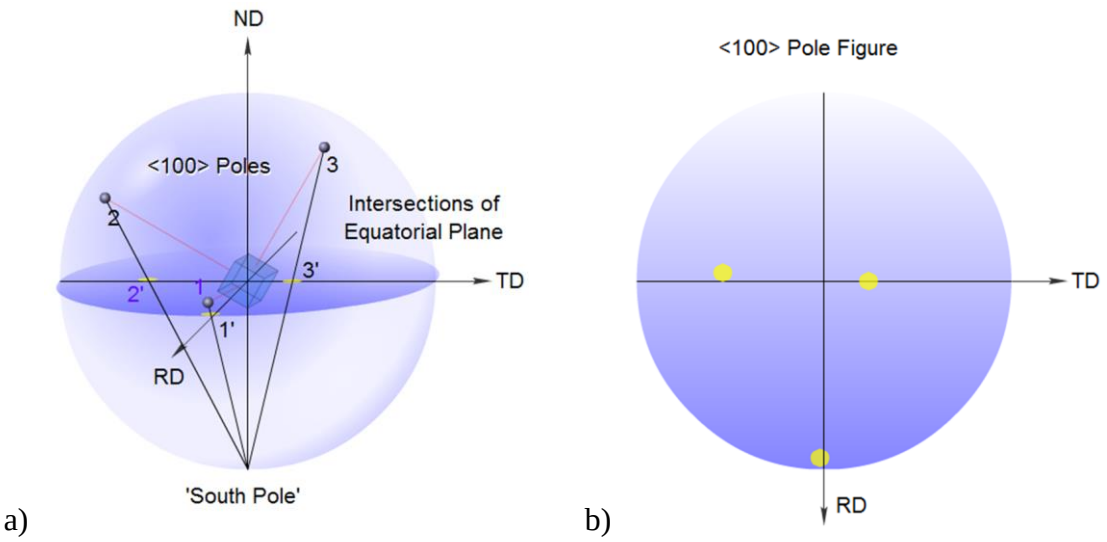


Figure II-2 : Description de la détermination d'une figure de pôles [AluMatter]

Pour un polycristal, la figure de pôles obtenue sera la somme des figures de pôles de chaque cristal se trouvant dans le volume analysé, donnant ainsi la texture du matériau.

La figure de pôles permet de voir la distribution des orientations des grains du matériau qui pourra soit être aléatoire, soit présenter des concentrations caractéristiques de la texture du polycristal.

D.2. Principe de l'analyse de texture cristallographique par DRX

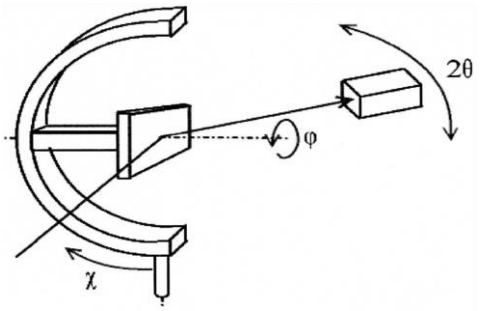


Figure II-3 : Schéma d'un goniomètre pour analyse de texture par DRX

Pour chaque famille de plans réticulaires hkl, la Diffraction des Rayons X (DRX) s'opère lorsque la loi de Bragg est respectée. Cette loi s'écrit :

$$n\lambda = 2d_{hkl}\sin\theta \qquad \text{Equation II-1}$$

où λ est la longueur d'onde des rayons X, d_{hkl} est la distance inter-réticulaire et θ l'angle d'incidence du faisceau de rayon X par rapport au plan hkl.

Pour permettre une analyse complète de texture cristallographique par DRX, un diffractomètre est utilisé qui est équipé d'un goniomètre pouvant faire tourner l'échantillon sur sa position selon deux angles φ et χ, comme montré sur la figure II-3. La source du faisceau est une anode de cuivre ayant une longueur d'onde de 1,54Å.

L'angle 2θ, que forment les faisceaux incident et diffracté, est fixé par les positions relatives de la source et du détecteur. Ce dernier enregistre l'intensité du rayon diffracté pour chaque combinaison (φ, χ). Les données ainsi obtenues permettent de tracer directement des figures de pôles expérimentales relatives aux plans réticulaires choisis, c'est-à-dire aux angles de Bragg imposés entre source et détecteur.

A partir des données obtenues à l'aide du goniomètre de RX, il est possible de remonter à la fonction de distribution des orientations (ODF : Orientation Distribution Function). Cette fonction est une représentation plus complète de la texture du matériau. Elle définit la fraction volumique de grains partageant une même orientation (figure II-5c). L'orientation est, quant à elle, définie comme étant l'ensemble des rotations nécessaires pour passer d'une base orthonormée de référence à la base orthonormée attachée au grain. Cette opération présente trois degrés de liberté que l'on associera conventionnellement aux trois angles d'Euler φ_1, Φ, φ_2, (figure II-4). L'ODF est par conséquent une fonction tridimensionnelle du type $g(\varphi_1, \Phi, \varphi_2)$ (figure II-5a).

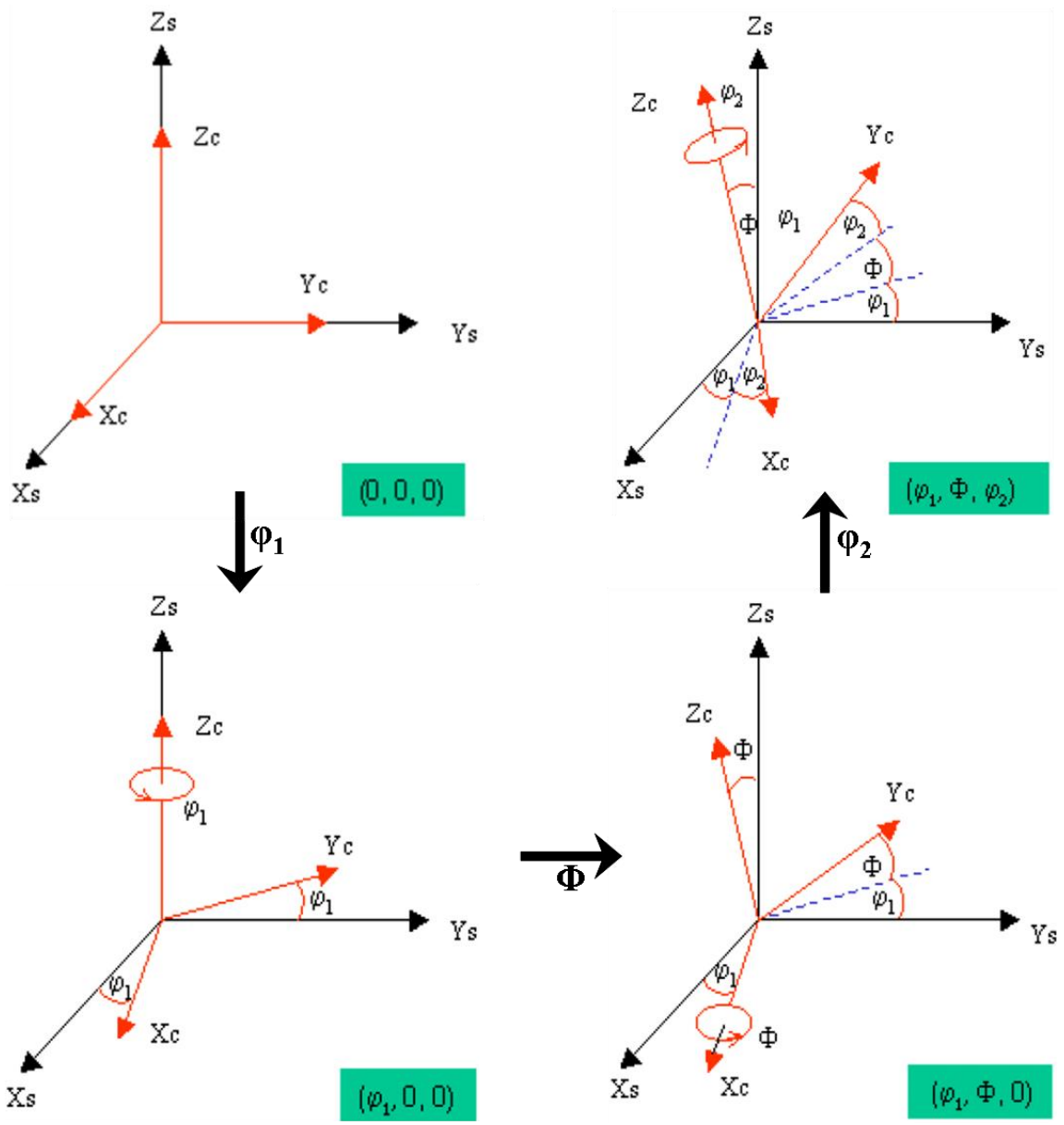


Figure II-4 : changement de repère par les angles d'Euler

Une figure de pôles peut être perçue comme une projection 2D de l'ODF. Il est aisé de comprendre qu'il faut avoir au moins deux figures de pôles, d'orientations non parallèles, pour reconstruire l'ODF. Cette opération s'effectue à l'aide de procédures calculatoires relativement complexes utilisant par exemple les harmoniques sphériques. Dans notre cas, ce calcul est opéré à l'aide du logiciel BEARTEX développé par R. Wenk et al. [Wenk 97]. L'ODF ainsi calculée est représentée dans l'espace d'Euler en projetant cet espace suivant des coupes successives à φ_2 constant (figure II-5b) [AluMatter].

La figure II-5c montre l'exemple de l'ODF d'un alliage Al - 1% Mn - 0,5% Mg qui a recristallisé en étant chauffé à 573 K [Daaland 96].

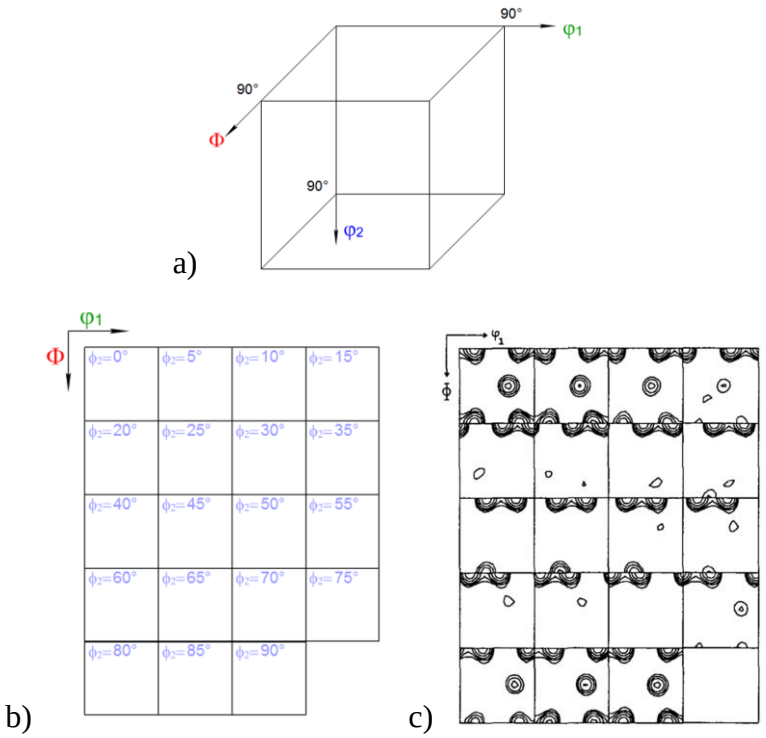


Figure II-5 : espace d'Euler avec les angles φ_1, Φ, φ_2 (a) et ODF en 2 dimensions (b) [AluMatter], ODF d'un alliage Al - 1% Mn - 0,5% Mg chauffé à 573 K (c) [Daaland 96]

D.3. Paramètres et préparation

Le diffractomètre à rayons X utilisé dans le cadre de cette étude est un appareil du CMTC de Grenoble (Consortium des Moyens Technologiques Communs), un diffractomètre Siemens D5000 équipé de 4 cercles, permettant de varier 4 angles différents durant l'analyse (figure II-3), et d'une anode Cu ($\lambda = 0{,}154$ nm).

L'angle φ varie entre 0° et 355° avec un pas de 5°, alors que χ varie entre 0 et 85° avec un pas de 5° aussi. Le temps de pause entre chaque position est de 5 secondes.

Les angles 2θ sont fixés à 34,539° et 36,731° respectivement pour les plans {0002} et $\{10\bar{1}1\}$. Le bruit de fond est soustrait aux données obenues.

Pour l'analyse de texture, la surface de l'échantillon est polie sur papier SiC 800 et SiC 1200. Les échantillons doivent présenter une surface dont la taille est comprise entre 5 mm² et 20 mm² afin de pouvoir contenir le faisceau (3 mm de diamètre) tout en rentrant dans le support, de même l'épaisseur ne doit pas excéder 5 mm.

E. Microscopie électronique

E.1. MEB – EBSD

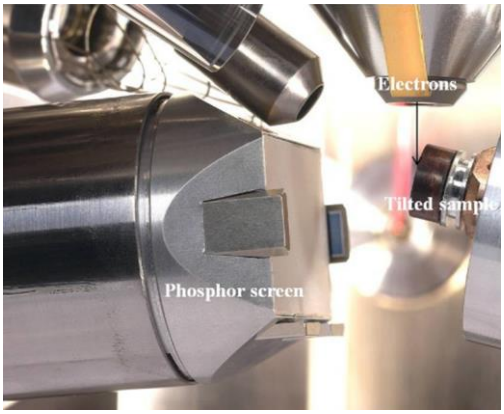
E.1.1. Principe

Dans un Microscope Electronique à Balayage (MEB) le faisceau électronique est focalisé sur la surface de l'échantillon qu'il balaye de manière à mesurer en chaque point de la zone d'intérêt les signaux pertinents.

Divers détecteurs permettent de capter ces signaux suivant l'information souhaitée : un détecteur pour les électrons secondaires pour la topographie et l'image de la surface, un autre pour les électrons rétrodiffusés pour la composition chimique et un écran phosphore pour enregistrer, via la camera associée, les diagrammes de Kikuchi. Pour les analyses de diffraction par électrons rétrodiffusés (EBSD : Electron BackScatter Diffraction), c'est ce dernier qui sera utilisé (figure II-6a). Pour cette analyse, l'échantillon doit être incliné d'environ 70° vers l'écran pour récupérer au mieux les électrons rétrodiffusés qui diffractent sur les plans cristallins selon la loi de Bragg.

A chaque diagramme de Kikuchi (figure II-6b) observé correspond une orientation cristallographique. Le balayage du faisceau sur la surface permet de reconstituer une carte des orientations cristallines à partir de l'indexation des diagrammes de Kikuchi enregistrés en chaque point de la zone et à l'aide de modèles calculés. Le contrôle du faisceau lors de l'analyse et le traitement des diagrammes de Kikuchi se font grâce au logiciel OIM (Orientation Imaging Microscopy).

A partir de cette carte d'orientation, il est possible de calculer des figures de pôles associées à la zone concernée.

a) 

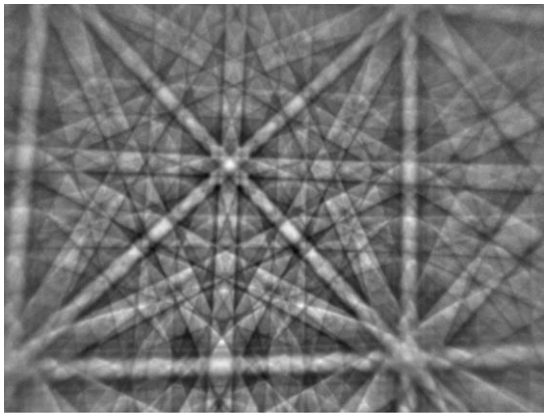
b) 

Figure II-6 : a) montage pour une analyse EBSD avec l'écran phosphore face à l'échantillon tilté et b) diagramme de Kikuchi observé pour un échantillon de Nickel [Oxford]

E.1.2. Paramètres et préparation

La MEB utilisé est un appareil faisant partie des équipements du CMTC. Il s'agit d'un MEB Zeiss Ultra 55 FEG, équipé d'une caméra CCD. La tension appliquée pour les analyses

est de 20 kV, le courant est de quelques nano-ampères. Les analyses EBSD se font à l'aide du logiciel OIM.

Afin de pouvoir passer à l'analyse EBSD, différentes étapes sont requises pour la préparation de l'échantillon.

Il faut tout d'abord relaxer l'état du matériau en éliminant une partie des dislocations accumulées en surface de l'échantillon durant le laminage. Les distorsions associées aux dislocations perturbent la détection des lignes de Kikuchi pendant l'analyse EBSD. Pour cela, un traitement thermique est indispensable.

Différents essais ont été faits pour déterminer le traitement thermique approprié. Il ne doit être ni trop court ni à trop basse température, sinon la relaxation du matériau est insuffisante. L'exemple est donné sur la figure II-7a avec un échantillon traité à 423 K/ 1 h, où l'indexation est mauvaise, voir impossible. Le traitement thermique ne doit pas non plus être trop long ou à trop haute température, au risque d'observer un grossissement des grains et une complète modification de la microstructure, tel que le montre la figure II-7c avec un échantillon traité à 573 K pendant 3 h. Le traitement considéré approprié pour cette étude est un traitement de 45 minutes à 473 K (figure II-7b).

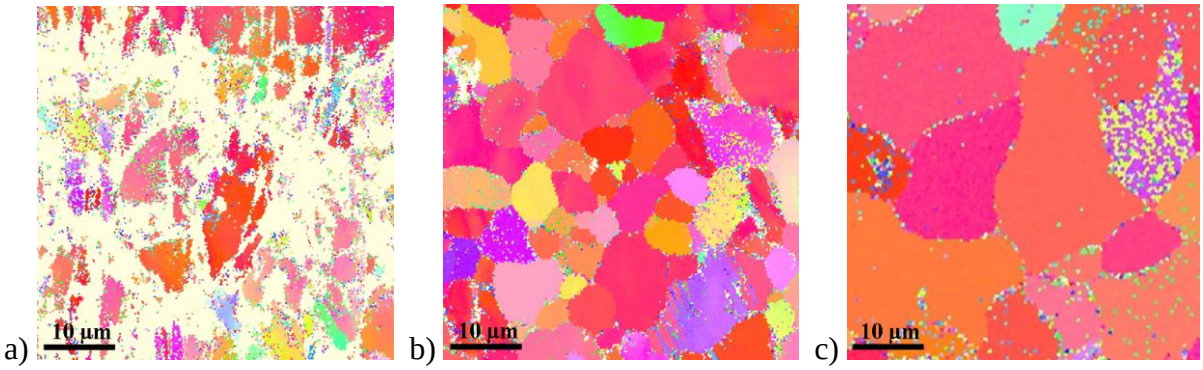


Figure II-7 : tests de cartographie EBSD d'un même échantillon d'AZ31 laminé avec un traitement thermique de a) 423 K / 1 h, b) 473 K / 45 min et c) 573 K / 3 h.

Après ce traitement thermique, l'échantillon est poli mécaniquement sur papier SiC puis sur tissu avec le même protocole que pour la microscopie optique (cf. partie C1).

Puis il subit un polissage chimique en étant immergé pendant 10 secondes dans une solution de :

* 5 ml d'acide nitrique
* 15 ml d'acide acétique
* 20 ml d'eau distillée
* 60 ml d'éthanol.

Suite au polissage chimique, l'échantillon est fixé sur un support d'observation MEB avec de la laque d'argent avant d'être placé sous vide pour le protéger de l'oxydation.

E.2. MET – ACOM

E.2.1. Principe

Le Microscope Electronique en Transmission (MET), tout comme le MEB, utilise un faisceau d'électrons pour sonder le matériau. Les électrons sont focalisés sur l'échantillon mais, à la différence du MEB, analysés après transmission complète au travers de la lame mince. Les électrons sont ainsi répartis entre le faisceau transmis et les faisceaux diffractés qui permettent à l'aide de diaphragmes et lentilles supplémentaires de produire une image contrastée de l'objet sur l'écran phosphorescent du microscope.

Le logiciel d'indexation automatique de diagrammes de diffraction (ACOM : Automated Crystal Orientation Mapping), permet de reconnaître l'orientation cristallographique en chaque point. Il est intégré dans un outil appelé ASTAR qui comporte des unités matérielles permettant d'une part de prendre le contrôle du faisceau pour balayer la zone d'intérêt et d'autre part d'appliquer un mouvement de précession électronique à ce même faisceau.

La construction de cartes d'orientation voire de cartes de phases, se fait suivant un principe similaire à l'EBSD pour le MEB. La procédure comprend une phase d'acquisition des diagrammes de diffraction et une phase d'indexation. En phase d'acquisition, le MET est en mode diffraction de manière à projeter les diagrammes de diffraction sur l'écran (figure II-8a), pendant qu'une camera CCD, reliée à l'ordinateur de contrôle, filme l'écran. L'unité matérielle appelée Digistar permet à la fois de transmettre le signal de balayage au faisceau électronique et de lui appliquer un mouvement de rotation à forte fréquence (la précession) de manière à réduire les effets de diffraction dits dynamiques connus pour perturber l'intensité des faisceaux diffractés.

Les données ainsi obtenues sont compilées et traitées avec le logiciel ACOM. La technique d'indexation est particulière : elle consiste à calculer au préalable l'ensemble des diagrammes de diffraction associés à chaque orientation possible pour un matériau donné (par exemple : figure II-8b) et ce avec une résolution angulaire de l'ordre du degré, et à déterminer l'orientation effective associée à un diagramme de diffraction réel par simple corrélation d'images. Les diagrammes de diffraction pré-calculés sont appelés 'templates'. Outre sa simplicité, cette technique s'avère être pratiquement insensible au taux de déformation plastique subi par l'échantillon.

Dans cette étude, l'outil ACOM sera utilisé pour l'étude des désorientations dans le matériau. Les cartographies par MEB – EBSD posant des difficultés d'indexation à cause d'un trop grand nombre de dislocations dans le matériau, l'analyse par MET avec le dispositif ASTAR se pose en solution : il a déjà été signalé qu'une grande quantité de dislocations ne perturbent ni l'obtention, ni l'indexation de diagrammes de diffraction. De plus il est possible d'étudier des matériaux ayant plusieurs phases distinctes avec une résolution accrue par rapport à la technique EBSD.

Le logiciel permet de tracer des cartographies d'orientation similaires à celles obtenues par EBSD (figure II-9c). Il permet également d'accéder aux figures de pôles associées à chaque diagramme de diffraction ou à un ensemble de diagrammes. Ainsi, la figure II-9e présente la figure de pôles associée à la ligne tracée sur la cartographie d'orientation adjacente. Les angles de désorientation sont calculés à la fois de proche en proche et par rapport à l'orientation du premier point de la ligne (figure II-9d). Il est aussi possible de connaître la fiabilité en chaque point. Cette fonctionnalité est particulièrement utile compte tenu des diffractions parfois difficiles à indexer.

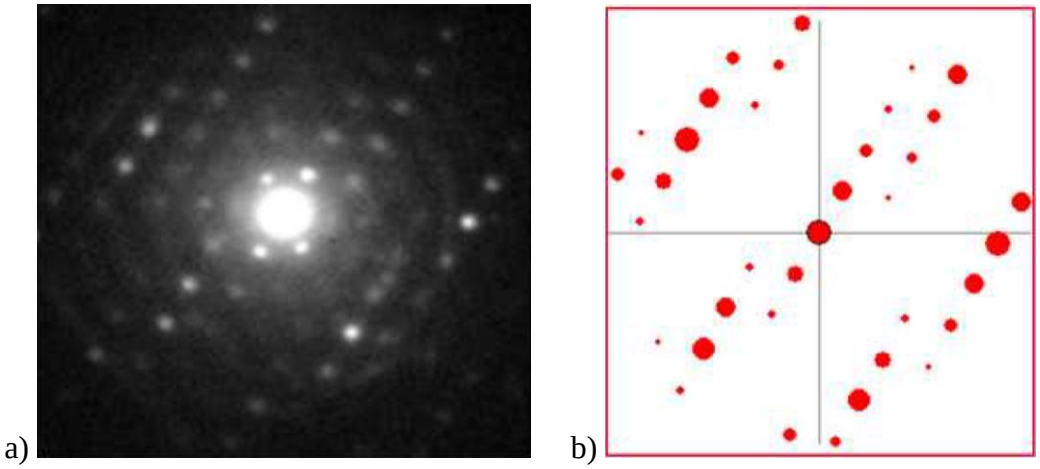


Figure II-8 : a) diffraction d'un alliage 7075 Al déformé et b) son modèle calculé associé

Pour faire ce genre d'analyse, des réglages soigneux au niveau du MET et du logiciel doivent être fait au préalable pour avoir des diagrammes de diffraction les plus complets et les plus nets possible.

Les 'templates' doivent être adaptés à la fois aux caractéristiques connues du matériau mais également aux conditions d'observation qui peuvent affecter le signal perçu (par exemple par double diffraction). Ainsi, une fois ces modèles créés, il faut les comparer avec les diagrammes de diffraction réellement obtenus afin d'affiner ces paramètres et améliorer la précision d'indexation. Toutefois, certains diagrammes sont trop flous ou trop complexes pour être reconnus. Ces difficultés apparaissent en cas de mauvais réglage du MET pour l'analyse, mais également dans les zones trop épaisses où le signal transmis est susceptible de traverser plusieurs grains. L'outil permet un contrôle visuel et une optimisation des paramètres de l'indexation.

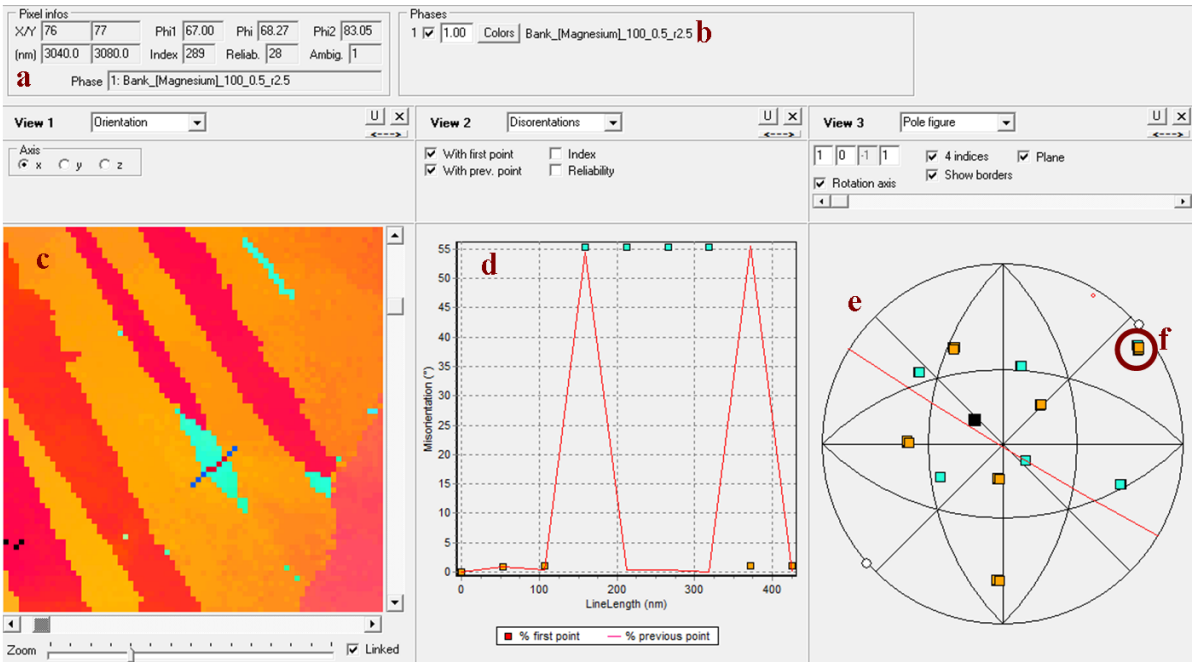


Figure II-9 : fenêtre de la partie de traitement de donnée MapViewer du logiciel ASTAR
a : informations sur le positionnement dans la cartographie
b : nom du ou des templates utilisés
c : cartographie d'orientation montrant des macles dans un alliage AZ31 laminé
d : graphique de désorientation de la ligne tracée dans la cartographie
e : figure de pôles associée à l'ensemble de la ligne
f : pôle commun entre la macle étudiée et le grain

L'ensemble de ces possibilités s'avère très utile pour l'étude des macles dont un exemple est montré en figure II-9, car elles peuvent ainsi être repérées par cartographie d'orientation et identifiées grâce d'une part à leur angle de désorientation et d'autre part aux figures de pôles (figure II-9d, II-9e et II-9f). Ce sont ces dernières fonctionnalités qui seront particulièrement utilisées dans cette étude.

E.2.2. Paramètres et préparation

La préparation d'échantillon pour analyse MET est très délicate. Pour pouvoir être mis sur le support dans le MET, l'échantillon doit être sous la forme d'une lame mince trouée de 3 mm de diamètre et d'environ 100 µm d'épaisseur.

Pour notre étude, les lames minces sont prélevées sur la tranche des plaques laminées, c'est-à-dire que l'observation se fait selon la direction transverse. Or, ces dernières ne font que 1 mm d'épaisseur, en conséquence, les lames minces se présentent sous la forme de languettes découpées dans le plan.

Après polissage sur papier SiC 1200 jusqu'à atteindre l'épaisseur de 100 µm, ces languettes sont sectionnées en portions de 3 mm de longueur, qui seront collées sur des anneaux de cuivre de 3 mm de diamètre servant de supports adaptés à la configuration du porte-échantillon.

La phase finale d'amincissement nécessite un soin particulier. En effet l'électropolissage s'effectue avec un appareil standard (TenuPol-5 de Struers) également adapté à des pastilles de 3 mm de diamètre. La technique utilisée consiste à masquer la zone non utile avec une couche de Lacomil qui sera retirée après l'électropolissage.

La solution de polissage utilisée est une solution de :

* 1 % d'acide perchlorique
* 99 % d'éthanol.

La solution est maintenue à -5 °C et le TenuPol-5 est réglé pour appliquer une tension de 50 V avec un double jet qui attaque l'échantillon des deux cotés jusqu'à le transpercer. Les intensités atteintes durant le processus sont de l'ordre de 20 mA

Une fois l'échantillon perforé, il est conservé sous vide pour éviter les risques d'oxydation. Avant d'être observé au MET, l'échantillon subit un dernier décapage au PIPS (Precision Ion Polishing System) allant de une à trois heures suivant l'état de la lame mince, afin d'observer une belle lame mince exempte de corrosion et impuretés.

L'analyse est faite alors que le MET est réglé pour afficher les diagrammes de diffraction. La taille du faisceau est réglée suivant le résultat attendu à 25 nm et 50 nm, la longueur caméra du microscope est fixée entre 30 cm et 40 cm, enfin le temps d'exposition est de 20 et 30 ms.

F. Essais mécaniques

F.1. Principe des essais de cisaillement

L'essai de cisaillement est une technique de mesure des propriétés mécaniques des matériaux, simple de mise en œuvre et adaptée aux échantillons se présentant sous forme de plaques de faible épaisseur. A l'encontre de l'essai de traction, cette méthode ne développe pas de striction et évite ainsi les irrégularités de répartition des contraintes dans le matériau dues aux modifications de section.

L'appareillage pour le cisaillement est monté sur une machine de traction, les deux cellules qui le composent sont fixées respectivement à la traverse mobile et à la traverse fixe de la machine d'essai.

Durant l'essai, l'un des côtés de l'éprouvette est solidarisé à la traverse mobile et l'autre restera fixe, créant ainsi un cisaillement dans la zone centrale (figure II-10a). Le déplacement des mors, et donc la déformation de l'échantillon, est enregistré grâce à un capteur. Le signal du capteur est envoyé et enregistré sur l'ordinateur de contrôle. Les données recueillies permettent de tracer in situ les courbes contrainte-déformation des essais réalisés.

Comme le montre la figure II-10b, l'échantillon d'une longueur L et d'une épaisseur e est sollicité par une force F. La zone utile de largeur h est délimitée de part et d'autre par les marques des mors. Le taux de cisaillement γ est le rapport entre le déplacement ΔL et la

largeur de la zone utile h. La contrainte de cisaillement est calculée en ramenant la force F à la section de la zone utile de l'échantillon (L x e).

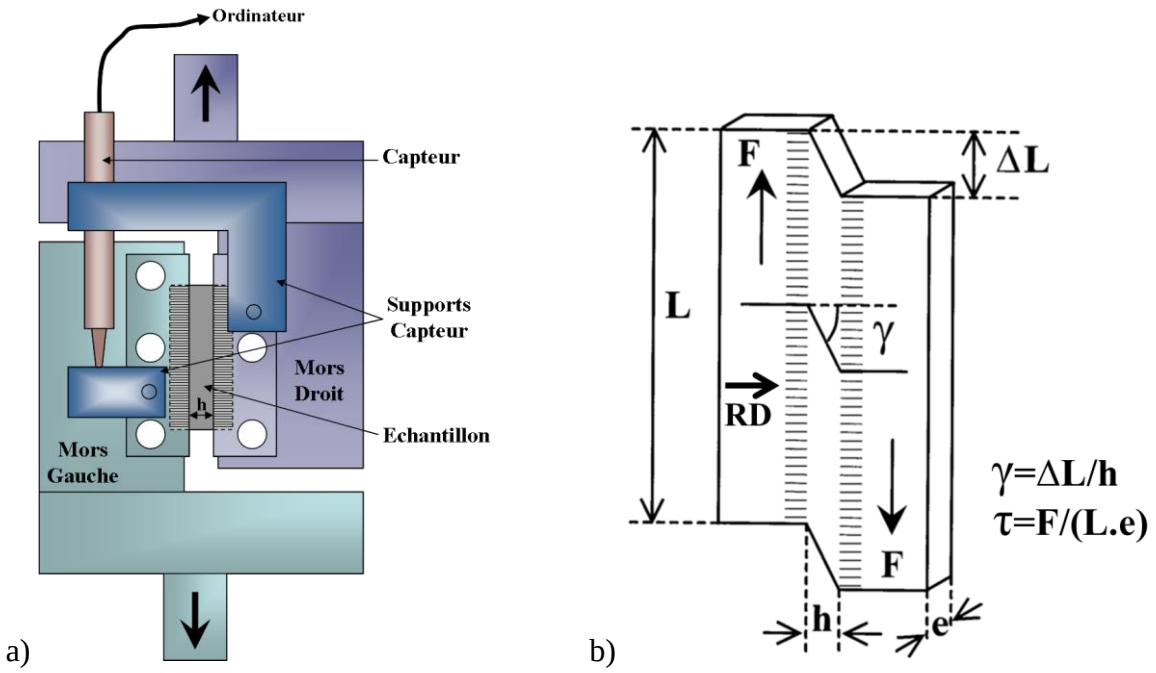


Figure II-10 : schéma du dispositif avec capteur (a) et schéma d'un échantillon après déformation (b) d'un essai de cisaillement [Rauch 98]

F.2. Paramètres et préparation

La machine de traction sur laquelle est monté l'équipement de cisaillement, pour cette étude, est une MTS modèle 4M pouvant appliquer une charge allant jusqu'à 20 kN. La figure II-10 montre le schéma du mécanisme utilisé dans cette étude. L'essai se fait à une vitesse de déformation de 0,003 mm/s, le test s'arrêtant à la rupture ou à la propagation d'une fissure de part et d'autre de l'échantillon. Les dimensions des éprouvettes sont de 30 mm (L) sur 15 mm avec une épaisseur e d'environ 1 mm, les échantillons plus épais nécessiteront donc une réduction d'épaisseur par polissage de la surface. La zone utile a une largeur h de 3 mm. Un capteur fixé à la cellule du mors supérieur complète le montage pour suivre la déformation réelle subie par l'éprouvette entre les deux mors.

Dans cette étude, les résultats des essais de cisaillement seront donnés sous la forme de courbes correspondant à la contrainte tracée en fonction de la déformation plastique (correspondant au taux de cisaillement). Pour arriver à ces courbes, les données des essais de cisaillement obtenues ont été retravaillées. L'équation linéaire de la partie élastique de la courbe contrainte – déformation est déterminée, elle est de forme : $\sigma = a * \varepsilon_{élastique} - b$.

La déformation plastique est alors calculée selon :

$$\varepsilon_{Plastique} = \varepsilon - \left(\frac{b}{a}\right) - \left(\frac{\sigma}{a}\right) \qquad \text{Equation II-2}$$

Paramètres et résultats expérimentaux

A. Conditions thermiques

Introduction

Dans la littérature, le laminage des alliages de magnésium se fait principalement à chaud. Lorsque l'on parle de laminage à chaud, il faut comprendre que le matériau est préalablement porté en température avant d'être laminé entre des rouleaux eux-mêmes chauffés. Le laminage d'alliages de magnésium apporte une contrainte au processus car ces derniers possèdent des températures de fusion et d'inflammation très proches et peu élevées, d'environ 923 K. Les températures de préchauffe et des rouleaux devront donc rester bien en deçà de cette valeur critique.

De nombreux articles ont été dédiés au laminage asymétrique de l'alliage de magnésium AZ31, étudiant l'influence des paramètres tels que la température, la réduction ou le pré-laminage.

Dans la majorité des cas, les rouleaux sont portés à des températures importantes, supérieures à la demi-température de fusion exprimée en Kelvin :

* 473 K, pour Kim et al. [Kim 07] ou Jeong et al. [Jeong 08] qui ont laminé en réduisant en une seule passe de 70 % avec un ratio de vitesse de 3,

* 573 K, pour Huang et al. [Huang 08-a, 08-b, 09-a, 09-b] qui ont réduit leur échantillon de 50 % en 8 passes avec un ratio de vitesse de 1,167.

Mais les rouleaux peuvent aussi être chauffés à températures plus basses, 383 K comme dans le cas des travaux de Watanabe et al. [Watanabe 04] qui laminent jusqu'à 73 % de réduction par plusieurs passes de 20 %, avec un ratio de vitesse de 1,25.

Huang et al. ont étudié l'influence de la température sur la dernière passe en laminage symétrique [Huang 11]. Il est montré que la mise en forme après laminage est améliorée lorsque l'échantillon subit cette dernière passe à température plus élevée : l'allongement à la rupture en traction passe de 26,1 % pour 723 K à 28,2 % pour 828 K.

Dans ces différentes études, le matériau est préchauffé à une température égale ou supérieure à celle des rouleaux. Toutefois il reste en deçà de 703 K avant d'être laminé.

Peu de travaux ont été dédiés au laminage des alliages de magnésium à température ambiante (à froid). Barnett et al. [Barnett 04] ont étudié le sujet, en travaillant uniquement en laminage symétrique. Les réductions appliquées étaient très faibles, de l'ordre de 1 %. Malgré cela, la réduction totale atteinte n'a été que de 15 %, après quoi le matériau est endommagé. Parmi les observations microscopiques, il est dit que de nombreuses macles $\{10\bar{1}2\}$ apparaissent, ainsi que des bandes de cisaillement. Barnett constate que le nombre de bandes de cisaillement augmente avec le nombre de passes et que dans le même temps, le nombre de macles diminue.

Le laminage à température ambiante des alliages de magnésium présente un intérêt économique. Il permettrait de réduire la dépense énergétique actuellement nécessaire au laminage en température.

En l'absence de publication sur le sujet, le laminage asymétrique à froid de l'AZ31 est apparu comme une alternative potentielle à explorer.

Les travaux de Barnett montrent que l'alliage AZ31 ne peut être laminé en symétrique à température ambiante sans endommager au-delà de 15 % de réduction. Dans notre étude, des réductions inférieures sont donc ciblées, mais réalisées en une seule passe pour rester compatibles avec un procédé industriel.

Essais de laminage asymétrique à froid

Des essais ont donc été réalisés à température ambiante. Deux réductions par passe ont été retenues : 13 % et 9 %. Le rapport des vitesses a été choisi à 2, avec 4 tours/min pour le rouleau supérieur (rouleau rapide) et 2 tours/min pour le rouleau inférieur (rouleau lent).

Les tôles utilisées pour ces essais ont une épaisseur de 2 mm, elles dont découpées en bandes de 30 mm de largeur.

Dans les deux cas de réduction, dès la première passe, l'échantillon s'est fragmenté, à intervalle régulier, en lamelles qui seront également appelées "allumettes" dans cette étude.

Le résultat de l'essai pour 13 % de réduction est présenté dans la figure III-1. La figure III-1a montre la tôle reconstituée en replaçant les allumettes côte à côte. Il apparaît clairement que les allumettes se forment à intervalles réguliers : elles ont une largeur moyenne de 3,6 mm, comprise entre 2,5 et 4 mm.

La figure III-1b montre que les allumettes ont une section droite en forme de losange. Les plans de rupture sont parallèles entre eux, mais ne sont pas perpendiculaires aux surfaces en contact avec les rouleaux : ils sont orientés à 145° de la direction de laminage RD. La rupture n'est pas toujours complète, comme l'indique le groupe de trois allumettes encore partiellement rattachées de la figure III-1c.

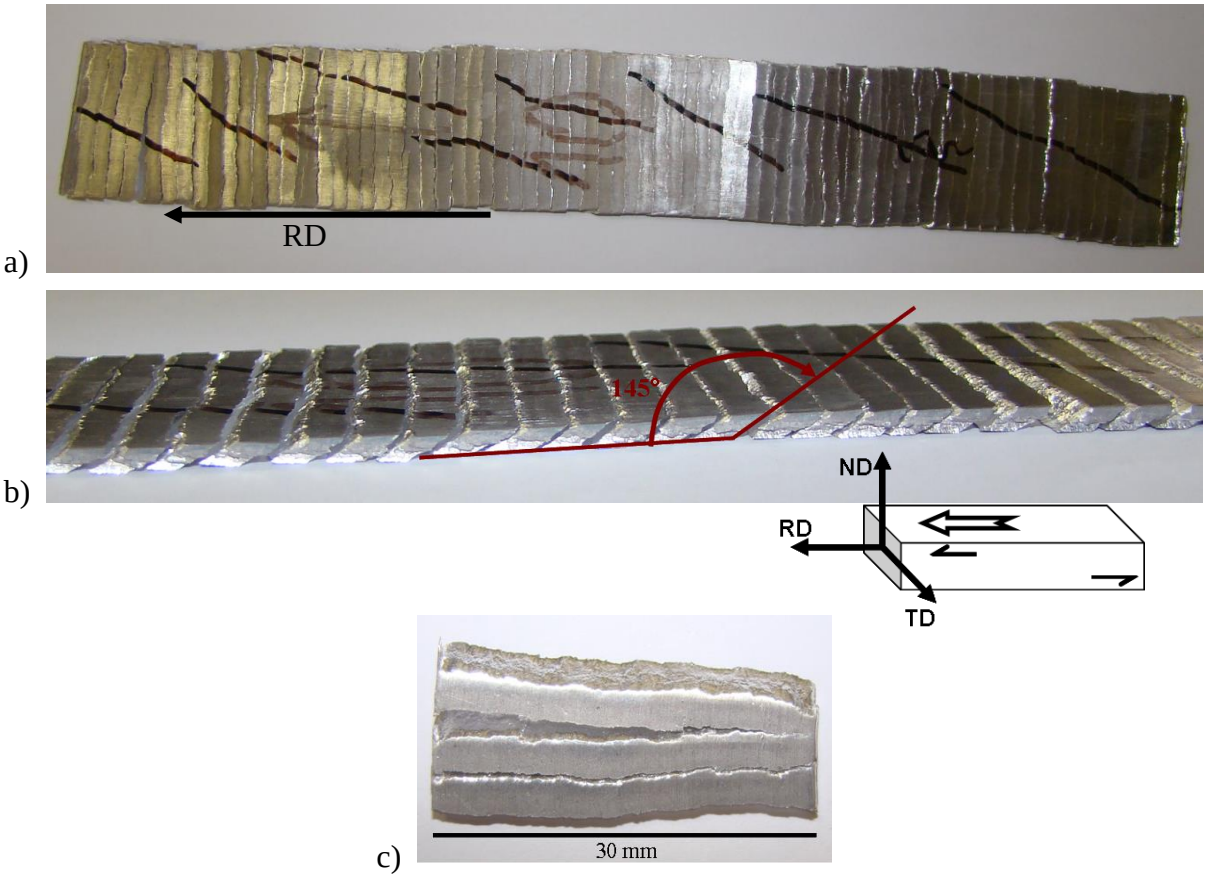


Figure III-1: échantillon laminé de manière asymétrique à froid a) vue de dessus (côté rouleau rapide), b) vue de côté et c) détail de trois allumettes encore rattachées entre elles

Ces résultats confirment la difficulté de laminer l'AZ31 à froid, que ce soit en symétrique ou en asymétrique. L'alliage ne résiste pas et se fragmente en allumettes régulières dès la première passe, pour les réductions de 9 % et 13 %.

La décision est donc prise de poursuivre l'étude en laminant en température. Les rouleaux du laminoir ne pouvant être chauffés, c'est l'échantillon qui sera préalablement porté en température, juste avant d'être laminé.

Essais de laminage en température

La température initialement choisie a été de 873 K, soit 100 K en dessous de la température de fusion / inflammation du magnésium. Un four électrique est maintenu à cette température et l'échantillon, équipé d'un thermocouple, y est introduit puis laissé pendant 10 minutes pour lui permettre d'atteindre la température souhaitée.

Au cours de l'un des essais préliminaires, un échantillon d'AZ31 s'est spontanément enflammé peu de temps après son introduction dans le four, avec un pic en température atteignant 1373 K. Cet incident peut être expliqué par le fait que l'ouverture de la porte du four provoque une chute de température de plusieurs dizaines de degrés et que la régulation

délivre alors une forte puissance pour rattraper l'écart à la température de consigne, la dépassant certainement dans certaines zones de l'enceinte du four, ce dernier n'étant pas ventilé pour homogénéiser la température.

Suite à cet incident, il a été décidé de réduire la température de chauffe à 773 K. Pour limiter encore ces risques d'inflammation, un four Nabertherm modèle N120 proposant un système de ventilation interne et un meilleur contrôle de la température, a été utilisé pour préchauffer les tôles avant les essais de laminage. Enfin, pour éviter les brusques fluctuations de température des échantillons dans le four, ceux-ci sont enfermés dans un boîtier en acier, dont les parois intérieures sont isolées par de la laine de roche.

Ce boîtier permet également de maintenir la température de l'échantillon entre sa sortie du four et son entrée entre les rouleaux du laminoir. Il est ouvert à une de ses extrémités (figure III-2) afin de permettre l'extraction de la tôle. A sa sortie du four, le boîtier est posé sur la table d'entrée du laminoir, à proximité des rouleaux. Un fil de chromel de diamètre 0,51 mm fixé à la tôle, est passé dans l'entrefer. En sortie du laminoir, une traction sur le fil permet l'extraction de la tôle hors du boitier et son introduction entre les rouleaux. Un thermocouple complète l'appareillage afin d'avoir un suivi de la température. Il est généralement laissé dans le boîtier, mais pour quelques essais spécifiques, il a été fixé dans un perçage réalisé dans l'épaisseur à l'arrière de la tôle (à environ 20 mm de la face arrière) et a ainsi permis de mesurer l'évolution de la température de l'AZ31 pendant le laminage.

Figure III-2 : boîtier utilisé pour maintenir l'échantillon à température.

Sans ce boîtier, une chute de plus de 100 K est mesurée dans la tôle entre sa sortie du four et son entrée dans le laminoir. Par contre, son utilisation permet de limiter cette décroissance en température à quelques degrés (voir le début de la courbe de la figure III-3)

Un relevé de la variation de température a ainsi été réalisé en condition de laminage symétrique avec les rouleaux froids, la vitesse des rouleaux était de 15 tours/min et la réduction réelle appliquée était de 20 %. La figure III-3 indique une perte de 200 K en 1/10 de seconde.

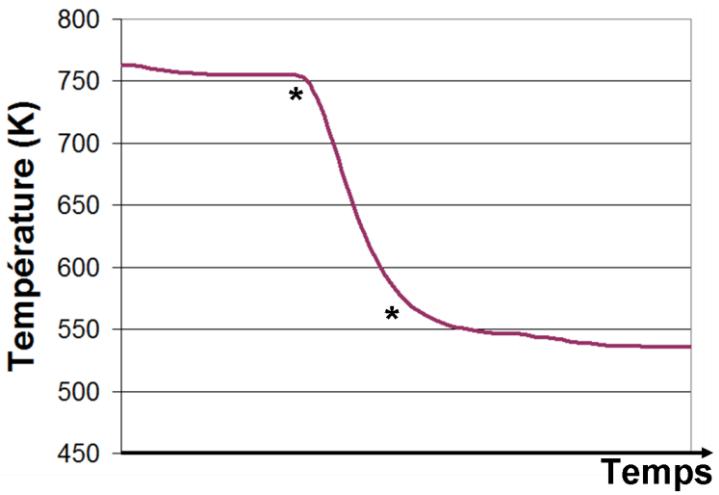


Figure III-3 : évolution de la température dans la tôle durant un laminage symétrique (vitesse de 15 tours/min pour les deux rouleaux), les étoiles signalent les zones d'entrée et de sortie du thermocouple dans l'entrefer.

Cette chute de température observée sur la Figure III-3 aura un impact sur la microstructure de l'alliage.

B. Etude des paramètres expérimentaux

B.1. Vitesses des rouleaux

La réponse du matériau au cours du laminage peut être différente selon qu'il est laminé rapidement ou lentement d'une part, et selon le ratio des vitesses entre les deux rouleaux d'autre part. Des essais réalisés à réduction et ratio de vitesses identiques (respectivement 20 % et 1,5), mais avec des vitesses différentes, ont montré que le matériau résistait mieux au laminage lorsque celui-ci était réalisé à grande vitesse, quand la chute de température du matériau est la moins élevée. Avec un laminage plus lent, l'échantillon tend à se fissurer plus tôt, dès la 3ème passe, voir à se briser durant le laminage. L'échantillon laminé asymétriquement à des vitesses lentes (3 tours/min / 2 tours/min) présente de nombreuses fissures en bord de la tôle (figure III-4a), alors que ces fissures sont bien moins nombreuses pour l'échantillon laminé avec des grandes vitesses (15 tours/min / 10 tours/min) (figure III-4b).

a)

b)

Figure III-4 : a) échantillons laminés en asymétrique avec même ratio de vitesses a) vitesses lentes 3 tours/min / 2 tours/min et b) vitesses rapides 15 tours/min / 10 tours/min.

En plus de dépendre de la vitesse, le laminage asymétrique sera fonction du ratio de vitesses entre les deux rouleaux. Il a été systématiquement attribué au rouleau supérieur la vitesse la plus importante. Le choix du ratio de vitesse a été fait en s'appuyant sur le travail de thèse d'Halloumi [Halloumi 11], dans lequel il définit, grâce à une modélisation par la méthode des trajectoires (lignes d'écoulement), une plage de ratios de vitesses théoriques pour laquelle le laminage asymétrique présente un maximum de cisaillement pour un minimum de puissance totale dissipée.

Cette modélisation considère notamment que le matériau laminé est parfaitement plastique (contrainte d'écoulement σ_0 constante), que les vitesses de la tôle sont horizontales à l'entrée et à la sortie des rouleaux. Il faut de plus assimiler la section de contact avec les rouleaux à un arc de parabole. Elle n'intègre pas l'ensemble des phénomènes physiques de déformation qui interviennent dans le matériau pendant le laminage, tel que le maclage par exemple.

Halloumi a effectué ses calculs pour une tôle d'épaisseur égale à 20 mm, des rouleaux de rayons identiques (100 mm), une vitesse du rouleau supérieur (rouleau rapide) de 15 tours/min. Le coefficient de frottement entre les rouleaux et la tôle a été choisi égal à 1. Dans ces conditions et pour une réduction de 0,2 ; la plage de ratio de vitesse se situe entre 1,55 et 1,75. Elle est caractérisée par la présence d'un seul point neutre, sur le rouleau le plus lent. En limite inférieure de cette plage, pour un ratio de vitesse de 1,55, le second point neutre apparaît sur le rouleau supérieur.

Le ratio retenu dans ce travail est de 1,5, proche de la plage des ratios proposée par Halloumi, avec des vitesses de 15 tours/min pour le rouleau supérieur et 10 tours/min pour le rouleau inférieur. Les conditions de la présente étude sont proches des conditions utilisées dans la modélisation d'Halloumi (même rayons des rouleaux, même réductions par passes), à

l'exception de l'épaisseur initiale de la tôle qui est dix fois inférieure dans cette étude. Toujours d'après Halloumi, l'épaisseur initiale n'influe pas sur les vitesses de sortie de la tôle. Par contre, sa diminution permet de réduire la puissance dissipée. L'épaisseur de 2 mm sera donc un avantage dans le cas présent.

Dans le cas du laminage symétrique, la vitesse retenue est de 15 tours/min, correspondant à la vitesse du rouleau le plus rapide en laminage asymétrique.

B.2. Différents chemins

Lorsqu'un échantillon est laminé de manière asymétrique en plusieurs passes successives, la question du sens d'introduction de l'échantillon entre les rouleaux se pose. Il existe différentes possibilités d'introduction appelées 'chemin', ces principaux chemins sont présentés dans la Figure III-5 [Simoes 08].

Le Chemin A (Figure III-5a) consiste à introduire l'échantillon toujours dans le même sens ainsi le cisaillement se fera de la même façon à chaque passe. Ce chemin sera appelé "chemin direct".

Durant le Chemin B (Figure III-5b) l'échantillon subit une rotation de 180° autour de ND, ainsi l'échantillon entre dans les rouleaux une fois sur deux par l'arrière. Par contre c'est toujours la même surface qui est en contact avec le rouleau rapide. Avec ce chemin, chaque nouvelle passe atténuera le cisaillement précédent par un cisaillement dans la direction opposée.

Le Chemin C (Figure III-5c) aura un effet équivalent au chemin B en cisaillant à chaque fois dans la direction opposée à celle de la passe précédente. Mais dans ce cas, l'échantillon est tourné de 180° autour RD entre chaque passe : ainsi la face avant reste toujours la même et c'est la face en contact avec le rouleau supérieur qui est permutée.

Enfin le Chemin D (Figure III-5d) qui est un combiné des Chemin B et Chemin C, où l'échantillon est tourné de 180° autour de RD et de 180° autour de ND. Ce chemin aura pour effet d'accentuer le cisaillement à chaque passe, tout comme le Chemin A. La tôle est introduite une fois par l'avant, une fois par l'arrière, alternant simultanément à chaque passe la face en contact avec le rouleau supérieur.

Les chemins B et C auront pour effet d'annuler ou du moins réduire l'impact de l'asymétrie, ils présentent donc un intérêt limité pour cette étude. Le chemin qui sera donc principalement utilisé est le chemin A, le chemin direct, qui semble plus simple et limite les erreurs de confusion par rapport au chemin D.

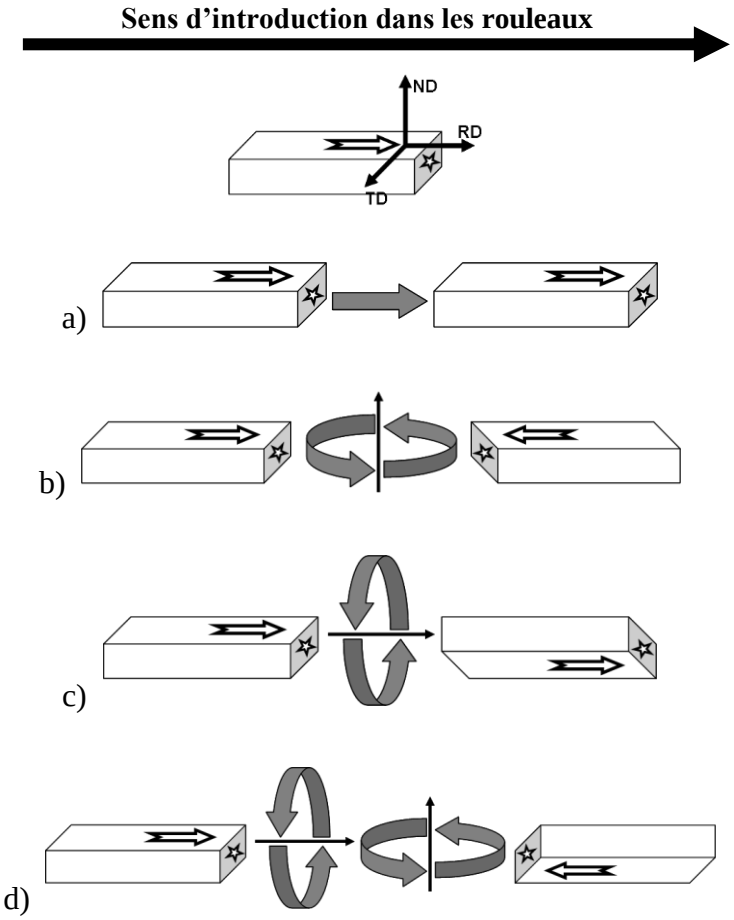


Figure III-5 : Schématisation des sens d'introduction possible dans les rouleaux lors de laminage asymétrique multi-passes, a) Chemin A, b) Chemin B, c) Chemin C et d) Chemin D.

B.3. Réductions

La réduction appliquée lors du laminage est un point important qui aura un impact sur le résultat obtenu. Le terme 'réduction' englobe deux paramètres distincts et liés l'un à l'autre, la réduction totale et le nombre de passes pour l'obtenir (équivalent à la réduction par passe).

Dans la littérature existante sur le laminage de l'AZ31, ces deux paramètres varient d'une étude à l'autre. Cette diversité de conditions expérimentales rend difficile toute étude comparative.

Dans le cadre de cette thèse, il a été décidé d'imposer l'un de ces paramètres, la réduction totale appliquée, à 50 %. L'épaisseur de la tôle sera donc réduite de 2 mm à 1 mm. Ce choix est imposé par l'épaisseur maximale (1 mm) acceptée par la machine de cisaillement utilisée pour effectuer la caractérisation mécanique. Par ailleurs, la valeur de 1 mm demeure assez grande pour permettre des observations et des analyses dans l'épaisseur de la tôle, selon la direction TD. Il reste maintenant à déterminer le second paramètre : cette

réduction de 50 % doit-elle être réalisée en une seule passe ou à l'aide de passes multiples et plus réduites ?

Les deux possibilités, réduction par passes multiples ou par une unique passe, coexistent dans la littérature dans le laminage à chaud de l'AZ31. Cette information est généralement donnée sans plus de détail quand à la justification de ce choix. Huang et al. [Huang 09-c] ont consacré une étude à ce sujet.

Dans leurs travaux, Huang et al. ont fixé la réduction totale à 63 %, elle est atteinte soit par une unique passe, soit par des passes multiples allant de 39 % à 9 % de réduction par passe (respectivement entre 2 et 10 passes). Les essais sont réalisés à chaud, les échantillons et les rouleaux sont tous maintenus à 573 K et avec un ratio de vitesse de 1,167. L'épaisseur initiale est de 4 mm. Le laminage est effectué selon le chemin D.

Huang et al. [Huang 09-c] montrent que la réduction par passe a un impact direct sur la microstructure finale ; plus cette réduction est importante, c'est-à-dire un nombre de passes de plus en plus faible, plus le nombre de bandes de cisaillement contenant des petits grains augmente. Au-delà de 22 % de réduction par passe, les bandes ne sont plus discernables les unes des autres (figure III-6). Cela se traduit par une diminution de la taille moyenne des grains avec l'augmentation de la réduction par passe, sauf pour la réduction la plus importante, 63 %. Dans ce cas, quelques gros grains déformés dans la direction de laminage sont observés. Ces grains contiennent des macles de traction $\{10\bar{1}2\}$.

Huang et al. justifient la réduction de la taille moyenne des grains par une recristallisation dans les bandes de cisaillement qui peut intervenir soit en dynamique, soit en statique pendant la remise en température entre chaque passe. Cette recristallisation sera d'autant plus importante que le nombre de bandes de cisaillement augmente avec la réduction par passe. La microstructure particulière, avec de gros grains contenant des macles, observée dans le cas d'une passe unique, résulte certainement de l'absence de traitement thermique après laminage.

En résumé, plus la réduction par passe augmente, plus la microstructure obtenue est homogène et présente une taille moyenne de grains faible. En laminant avec de nombreuses passes de faible réduction, la taille moyenne de grains est légèrement plus élevée, avec une répartition hétérogène, constituée de petits grains concentrés dans des bandes de cisaillement, et de grains grossiers entre ces bandes. Ji et al. [Ji 07] et Jeong et al. [Jeong 08] arrivent à des conclusions similaires.

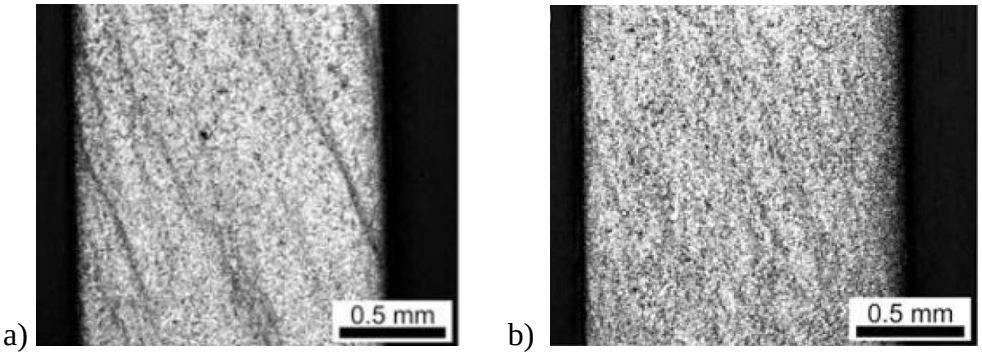


Figure III-6 : microstructure d'échantillons d'AZ31 laminés de manière asymétrique jusqu'à 63 % de réduction totale a) en 10 passes (9 % de réduction par passe) et b) en 4 passes (22 % de réduction par passe) [Huang 09-c]

Dans notre étude, les conditions de température sont différentes de celle de Huang et al. : la tôle est chauffée à 773 K, mais les rouleaux du laminoir restent à température ambiante.

Des essais ont été réalisés avec un nombre de passes et une réduction par passe différentes. La figure III-7 illustre les résultats obtenus.

Un premier échantillon est laminé en une unique passe avec l'entrefer réglé pour une réduction de 50 % (figure III-7a). Cet échantillon n'a finalement atteint qu'une réduction totale de 37 %. Le matériau ne supporte pas de telles déformations. Il se fissure et se fragmente en plusieurs endroits.

Pour le second échantillon, le laminage est effectué en plusieurs passes, avec une réduction par passe de 20 %. La tôle est remise en température avant chaque laminage. La réduction totale de 50 % est obtenue en 3 passes. Le matériau ne s'endommage pas, comme en témoigne l'absence de rupture et de fissure apparente (figure III-7b).

Cette méthode de laminage par passes multiples est ainsi retenue pour le reste de l'étude. Le laminage se fera donc avec des réductions d'environ 20 % par passe et jusqu'à l'obtention d'une déformation totale de 50 % (de 2 mm à 1 mm). La réduction devrait alors être obtenue en 3 passes. Cependant, il a été parfois nécessaire d'effectuer des passages supplémentaires (entre 4 et 5), en raison :

* de la difficulté à régler l'entrefer, avant la première passe, à l'épaisseur initiale de la tôle

* d'une réduction mesurée inférieure à celle attendue, liée à la déformation élastique du laminoir.

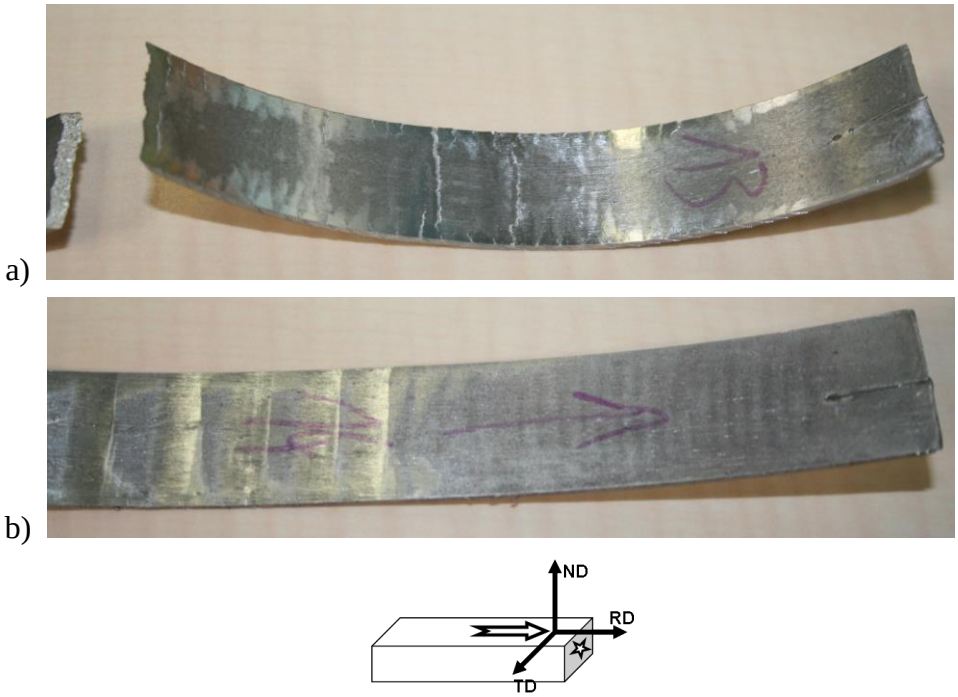


Figure III-7 : échantillon laminé de manière asymétrique (15/10), a) en une unique passe de 50 % de réduction et b) en 3 passes jusqu'à 50 % de réduction finale.

C. Matériau brut de réception

Ce paragraphe décrit la microstructure, la texture et le comportement au cisaillement de l'alliage AZ31 brut de réception.

C.1. Microstructure

La figure III-8 montre les images obtenues par microscopie optique. La microstructure est généralement homogène dans tout l'échantillon, qu'il soit observé sur la surface de la tôle (figure III-8a et III-8c) ou sur la tranche (figure III-8b et III-8d). Il est aussi possible de constater que les grains ont une forme essentiellement équiaxe avec des tailles allant de 2 µm à 25 µm et une taille moyenne de 10 µm, et qu'ils sont exempts de toute macle. La taille des grains est déterminée grâce à la méthode des intercepts.

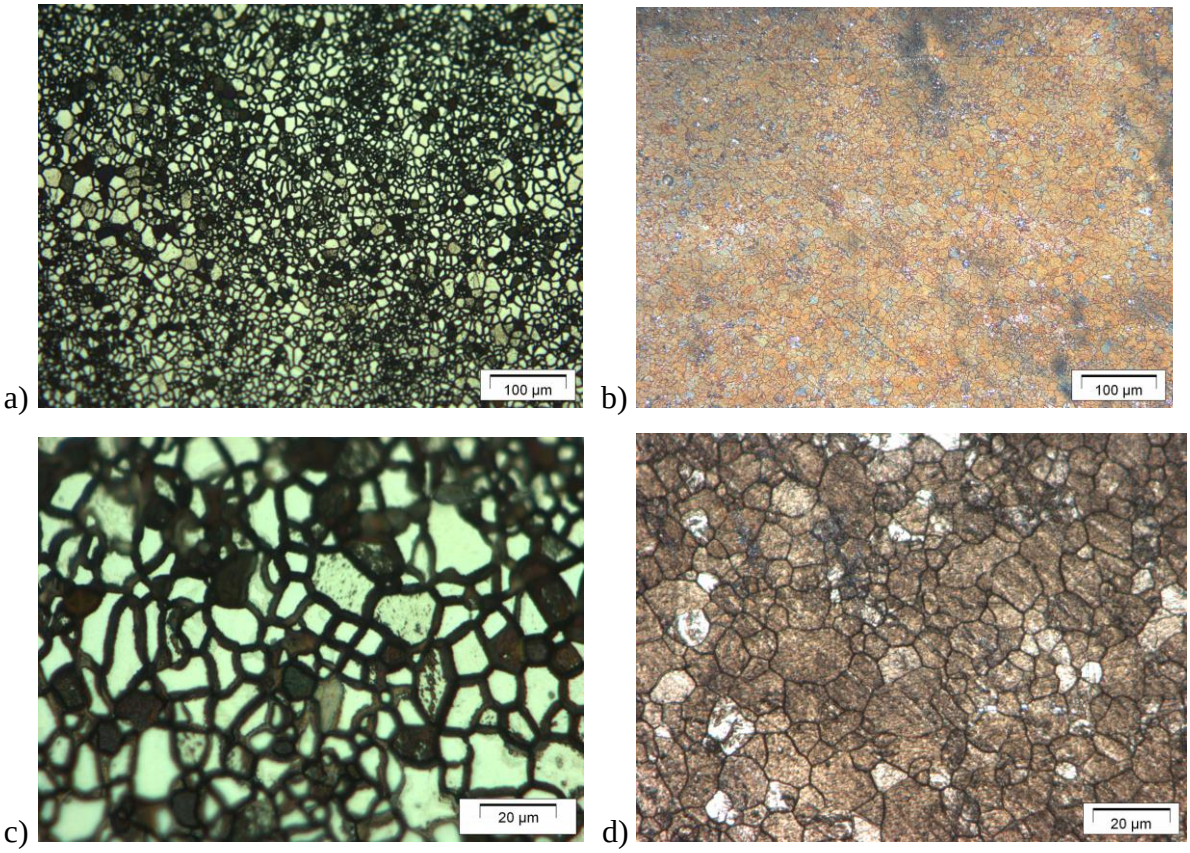


Figure III-8 : Microstructures d'un échantillon brut de réception en surface (a et c) et sur la tranche (b et d) vues avec des grossissements de x200 (a et b) et de x1000 (c et d). Les échantillons sont préparés avec le protocole donné au Chapitre 2.

C.2. Texture

C.2.1. Texture macroscopique par DRX

Des analyses de texture selon les directions {0002} et $\{10\bar{1}1\}$ ont été réalisées sur l'alliage brut de réception. Les figures de pôles obtenues sur la surface normale à ND sont montrées en figure III-9.

Elles correspondent à une texture basale : le pic {0002} (axe $\vec{c}$ de la maille) est au centre de la figure de pôles {0002}, orienté parallèlement à la direction normale de la tôle, l'intensité maximum est de 12,5, ce qui est une valeur élevée. La direction $\{10\bar{1}1\}$ forme un anneau sans orientation privilégiée, indiquant donc que le matériau est isotrope dans le plan de la tôle, l'intensité maximale atteinte est très faible (Imax = 3). Ces deux figures de pôles indiquent que la texture basale du matériau brut de réception est une texture fibre présentant une isotropie dans le plan de la tôle.

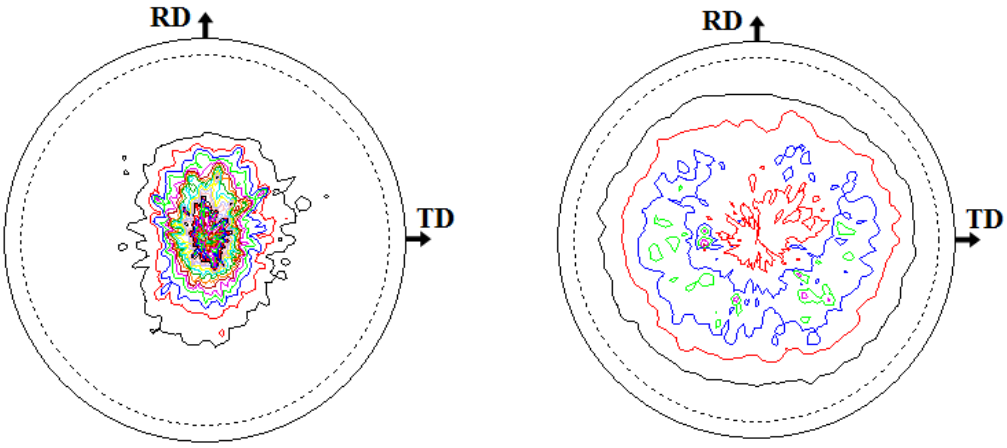


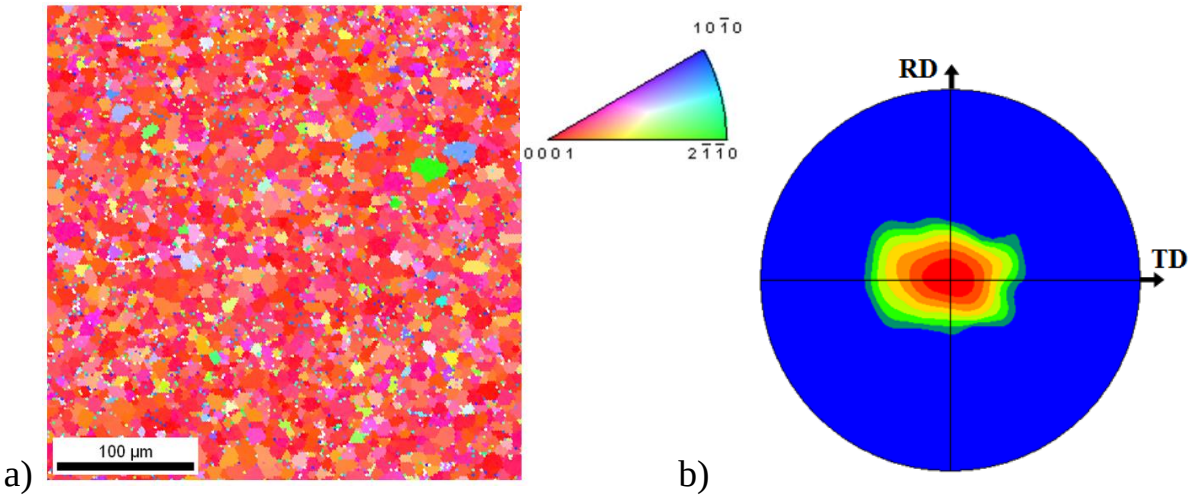
Figure III-9 : Figures de pôles de la surface de la tôle selon les directions {0002} (intensité max = 12,5) et $\{10\bar{1}1\}$ (intensité max = 3) de l'AZ31 brut de réception (pas de 0,5 entre les différentes courbes de niveaux)

C.2.2. Observations et textures locales

Les cartographies réalisées à l'aide des microscopes électronique à balayage et en transmission permettent d'obtenir des informations plus détaillées et locales de la répartition des orientations cristallines dans le matériau.

Observations MEB - EBSD

La figure de pôles (figure III-10b) retracée d'après la cartographie EBSD (figure III-10a) confirme, avec une zone de 350 µm x 350 µm prise sur la surface de normale ND, l'orientation générale obtenue en texture par DRX. Sur la cartographie, chaque couleur correspond à une orientation repérable grâce à la légende. Elle permet de constater que la grande majorité des grains présentent leur axe $\vec{c}$ orienté dans une direction proche de la perpendiculaire à la surface de la tôle. On retrouve des grains de forme équiaxe avec une taille moyenne de 10 µm, exempts de macles.



a) b)

Figure III-10 : a) cartographie EBSD de la surface de la tôle de l'AZ31 brut de réception et b) figure de pôles {0002} associée, retracée d'après la cartographie.

C.2.3. Observation par MET

La cartographie d'orientation obtenue par MET (figure III-11) correspond à une surface nettement plus réduite que celle obtenue par MEB, limitée à 5 x 5 µm. La lame mince a été prélevée dans le plan de la tôle, au voisinage d'une surface extérieure. On retrouve essentiellement des grains d'axe $\vec{c}$ orientés parallèlement à la direction normale (ND). Quelques fines macles sont parfois observées, telles que sur la figure III-11b. Comme ces macles n'ont pas été détectées, ni sur les cartographies par MEB, ni lors de l'observation par microscope optique, elles apparaissent très certainement lors de la préparation de la lame mince, pendant les étapes d'amincissement par polissage mécanique.

Ces macles ont été indexées comme étant du type $\{10\bar{1}2\}$ avec une désorientation d'environ 85° autour de la direction $<11\bar{2}0>$ par rapport à la matrice, selon une direction $<10\bar{1}\bar{1}>$. La méthode d'indexation sera détaillée dans des paragraphes dédiés dans les parties sur le laminage symétrique et le laminage asymétrique.

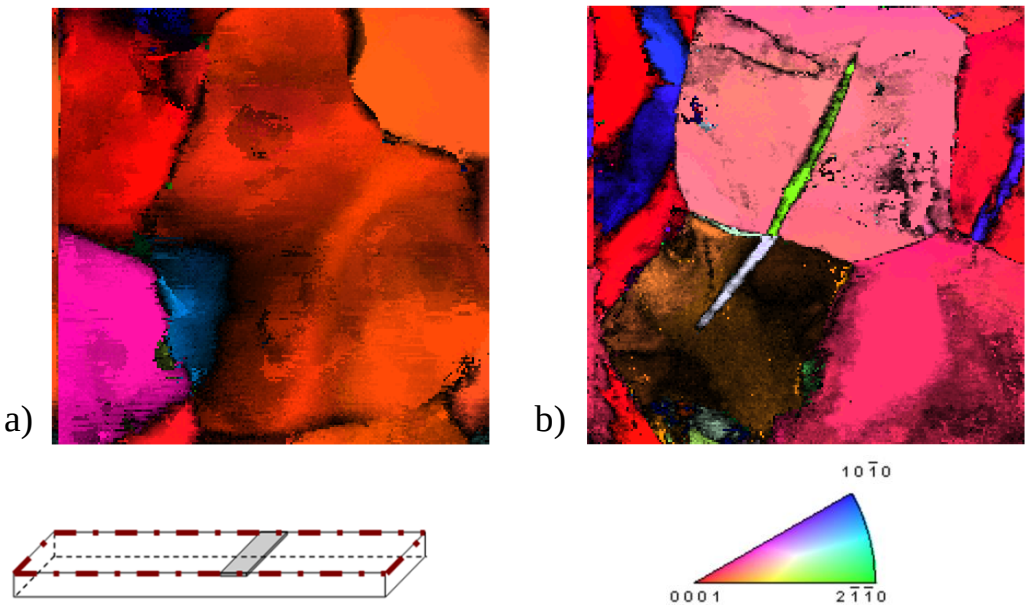


Figure III-11 : cartographies MET, réalisées par ASTAR, de la surface de la tôle de l'AZ31 brut de réception. Dimension de 5 x 5 µm.

C.3. Propriétés mécaniques

Dans le but de déterminer les propriétés mécaniques de la tôle brute de réception, des essais de cisaillement ont été réalisés et sont reportés dans le graphique de la figure III-12.

Le graphique représente la contrainte de cisaillement en fonction de la déformation atteinte. La limite d'élasticité est comprise entre 40 et 50 MPa, à la rupture la déformation atteint 0,26 et la contrainte maximale s'élève à 96 MPa.

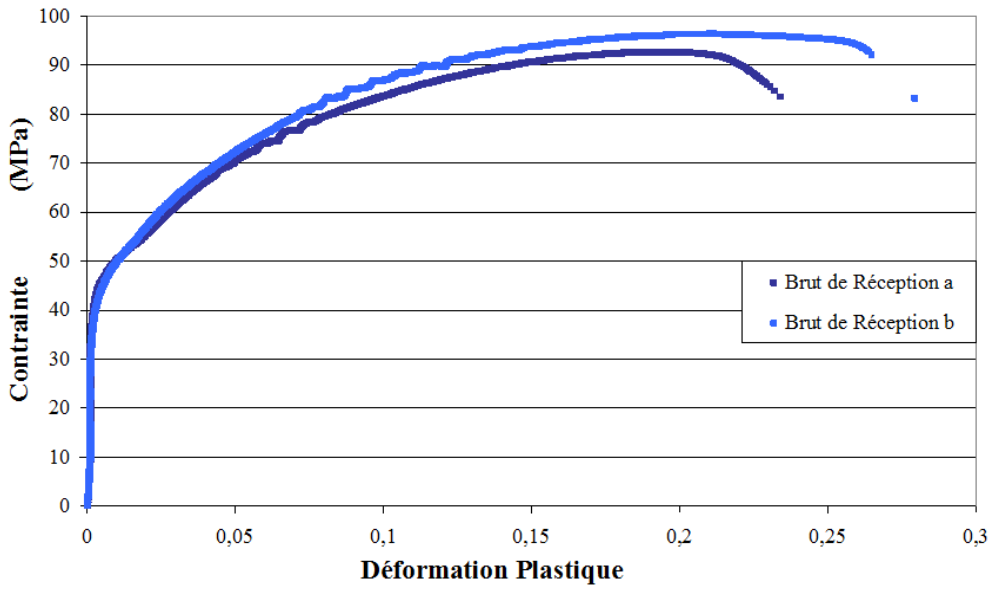


Figure III-12 : essais de cisaillement sur deux échantillons issus de la tôle brute de réception

C.4. Conclusion du brut de réception

Le matériau brut de réception est issu d'un laminage à chaud, suivi d'un traitement thermique, de ce fait il présente une microstructure correspondant à ce qui peut être attendu d'un alliage laminé avec des grains recristallisés. La texture fibre est aussi une caractéristique des alliages de magnésium laminés de manière symétrique à chaud. Cette texture est confirmée à l'aide des techniques de cartographies par microscopie électronique (EBSD et ACOM). Aucune macle n'est observée par microscopie optique, toutefois les cartographies obtenues par ACOM en présentent quelques unes, mais leur origine est certainement imputable à la préparation de la lame mince.

D. Matériaux laminés

Cette section a pour vocation de présenter les résultats expérimentaux relatifs au laminage asymétrique. Toutefois, et compte tenu de la très forte tendance à la fissuration observée pour des échantillons soumis à ce type de sollicitation, il est apparu intéressant de produire des résultats similaires en laminage symétrique. En effet, la confrontation de ces deux cas permettra par la suite d'analyser en détail l'effet de l'asymétrie sur le comportement structural et mécanique de l'alliage de magnésium.

D.1. Laminage symétrique

D.1.1. Observation macroscopique

En laminage symétrique, l'alliage de magnésium se déforme bien lorsque la température d'introduction est suffisamment élevée (voir le paragraphe 'Conditions thermiques'). Les conditions de déformation retenues sont une réduction finale de 50 % (passage d'environ 2 mm à environ 1 mm d'épaisseur) réalisée à l'aide de 3 à 5 passes successives selon les échantillons. Tout comme pour le laminage asymétrique, les échantillons sont chauffés à 773 K en 10 min.

La figure III-13 montre l'aspect d'un échantillon laminé de manière symétrique après 5 passes. On constate que la surface de l'échantillon (figure III-13a) est lisse, qu'elle ne présente aucune fissure, ni aucune marque d'endommagement. La déformation reste homogène. De même sur la tranche (figure III-13b), les bords apparaissent nets et sans fissure.

a)
b)

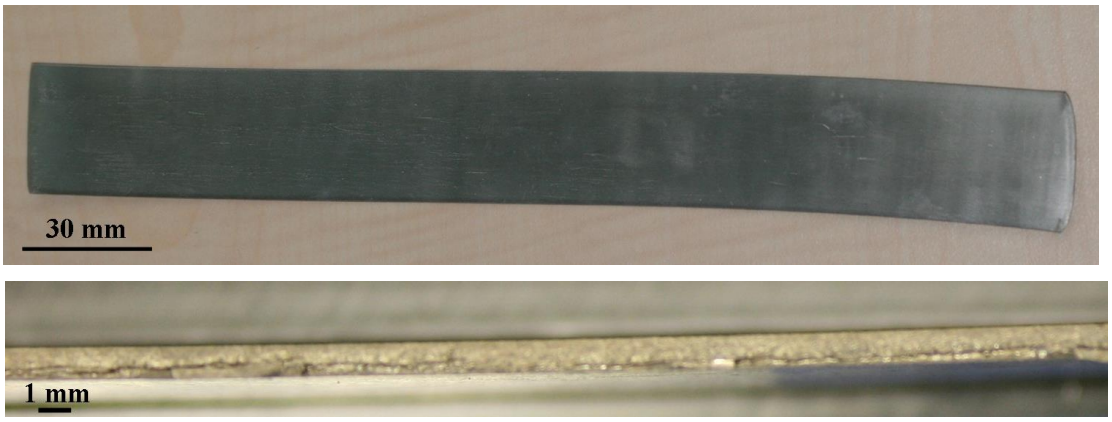


Figure III-13 : échantillon laminé en symétrique (a) vue selon ND et (b) vue selon TD

D.1.2. Microscopie optique

L'observation au microscope optique permet de mesurer la taille de grains. Malgré un taux de réduction de 50 %, cette dernière n'a guère varié par rapport au brut de réception, elle est en moyenne de 18µm avec des grains dont la taille varie de 5 µm à 30 µm. La morphologie des grains a été modifiée par la déformation : ils ne sont plus équiaxes. Toutefois, ils n'ont pas non plus la forme logiquement attendue après une réduction de 50 %. Cette constatation laisse supposer qu'une recristallisation, modifiant la microstructure, se déroule durant le processus. La caractéristique la plus remarquable est l'émergence de nombreuses macles qui apparaissent dans un grand nombre de grains. Ces macles sont aisément identifiables par observations en microscopie optique sur le chant de l'échantillon comme le montre la figure III-14.

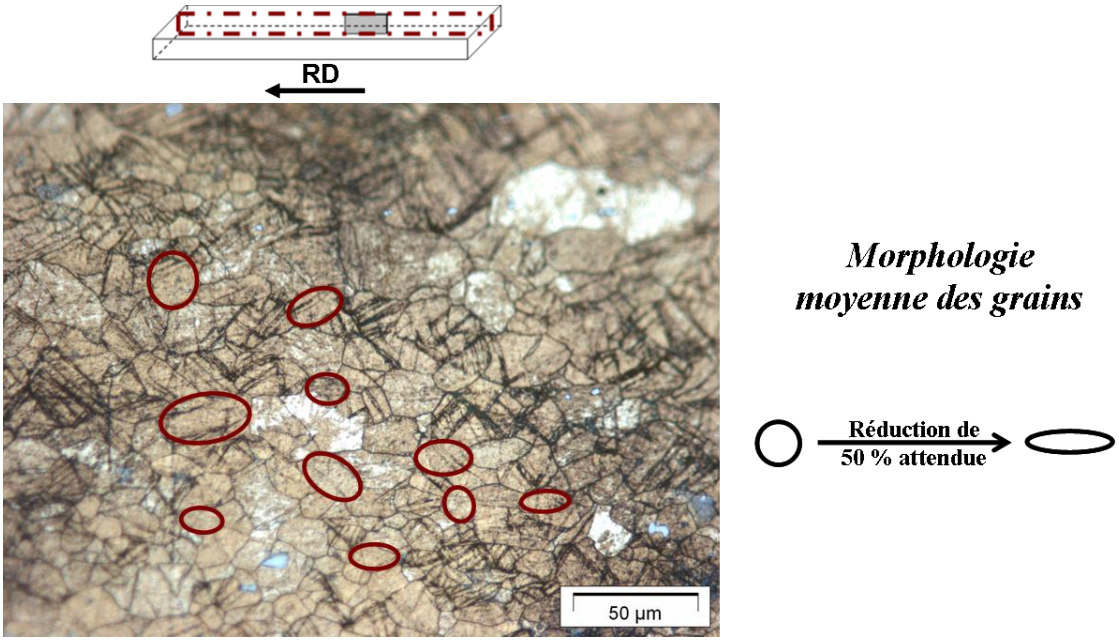
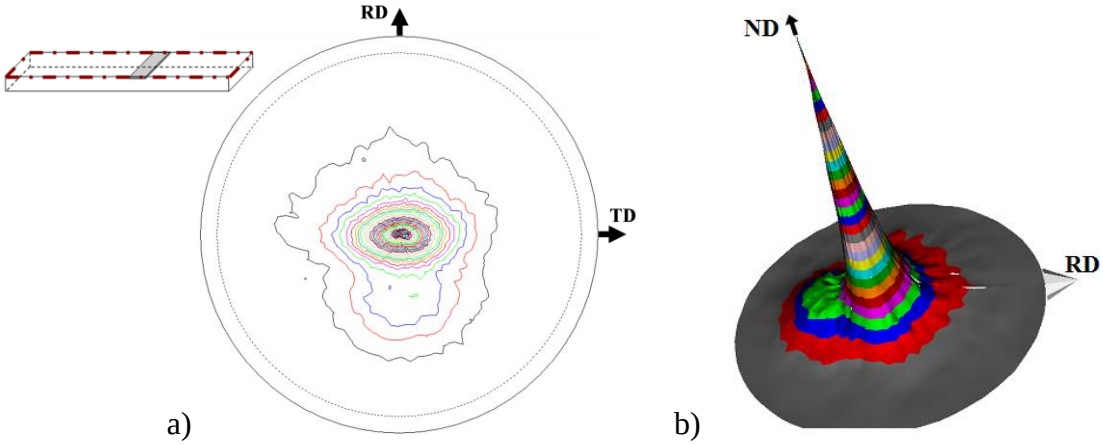
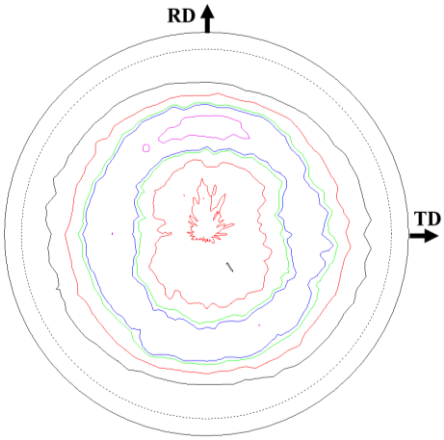


Figure III-14 : microstructure de la tranche d'un échantillon laminé en symétrique en 4 passes avec un grossissement de x500

D.1.3. Texture cristallographique

Après laminage symétrique la texture ne diffère pas de celle mesurée sur l'échantillon brut de réception. Elle présente le même pic {0002} unique parallèle à ND, sans orientation préférentielle des plan $\{10\bar{1}1\}$. L'intensité maximum atteinte par ce pic reste très élevée (intensité de 16 pour la figure III-15).





c)

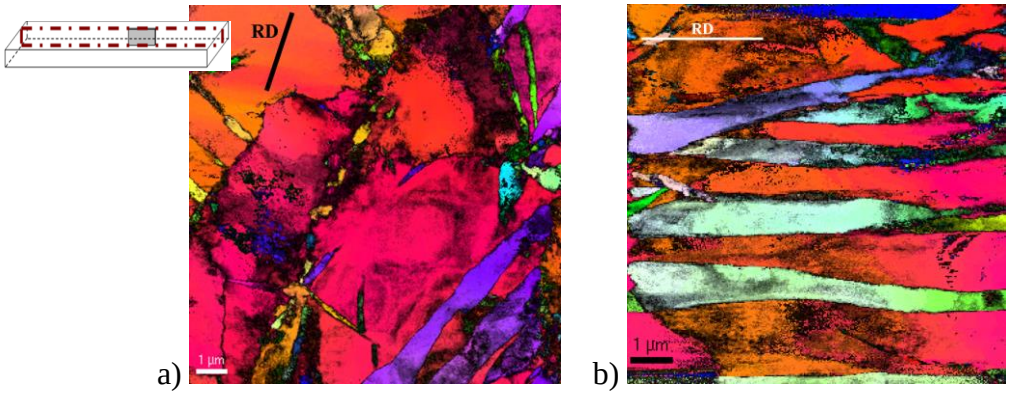
Figure III-15 : figure de pôle {0002} pour un échantillon laminé de manière conventionnelle a) projection 2D et b) aspect en 3 dimensions, I_{max} = 16. Et c) figure de pôle $\{10\bar{1}1\}$ associée. (pas de 0,5 entre les différentes courbes de niveaux)

D.1.4. Microscopie électronique

MET

L'essentiel des investigations effectuées au Microscope Electronique en Transmission a consisté en l'obtention de cartographies d'orientations cristallographiques avec l'outil ACOM décrit au chapitre 2. Deux exemples sont présentés sur la figure III-16. Ces exemples sont représentatifs de la structure du matériau confirmant ainsi qu'un grand nombre de grains contiennent des macles. Concernant l'exemple présenté sur la figure III-16b le plan de macle est quasiment perpendiculaire au plan d'observation. On notera que de manière surprenante, ces macles ont une orientation très proche de la direction de laminage (RD). Rappelons qu'en l'absence d'une sollicitation en cisaillement, qui est la caractéristique du laminage asymétrique, aucune des composantes du tenseur de contrainte ne justifie l'activation de macles orientées de la sorte. Cette observation a été faite à plusieurs reprises et elle fera l'objet de commentaires spécifiques dans le chapitre suivant.

Les fonctionnalités de l'outil ACOM permettent de déterminer avec certitude la ou les types des macles observées. Un exemple détaillé d'analyse du système de maclage est présenté dans le paragraphe suivant.



a) b)

Figure III-16 : cartographies ASTAR de 9 µm x 9 µm dans la tranche de l'échantillon laminé en symétrique

Détermination du système de maclage

L'étude d'une macle se fait par identification de plusieurs de ses caractéristiques : la désorientation par rapport à la matrice, le plan de maclage commun entre la macle et le grain parent et l'axe de rotation associé à la désorientation.

Les étapes de l'identification sont détaillées pour la cartographie de la figure III-16a. Pour cet échantillon, la lame a été positionnée de telle manière que la direction de laminage soit alignée avec l'axe de la canne porte-échantillon. En vertu des rotations de l'image produites par les lentilles électromagnétiques qui équipent le MET, cette direction est désorientée de 67° par rapport à l'opérateur et, en conséquence, par rapport à l'axe horizontal de l'image (voir figure III-17a).

La première étape de l'identification d'une macle consiste à mesurer sa désorientation par rapport à la matrice. Sur la figure III-17a, la macle est clairement visible en bleu (orientation proche de $[10\bar{1}0]$) dans un grain dont l'orientation principale est proche de [0002] (représenté en rouge : comme pour des analyses EBSD, les couleurs correspondent aux orientations cristallographiques par rapport à un axe de référence ; cet axe est, sauf indication contraire, l'axe normal à l'image).

L'angle de désorientation entre la macle et le grain est donné par le graphique, de la figure III-17b qui correspond à la ligne blanche traversant la macle sur la figure III-17a. Sur ce graphique, la désorientation peut être lue de deux façons différentes, soit de point en point le long de cette ligne (courbe rouge) soit par rapport au premier point de la mesure (petits carrés). Pour la macle étudiée, l'angle de désorientation lu est 85°. Cette angle est répertorié (voir dans le chapitre I) comme correspondant à une macle $\{10\bar{1}2\}$.

Afin de vérifier qu'il s'agit bien d'une macle $\{10\bar{1}2\}$, la figure de pôles associée à cette famille de plans (figure III-17c) est utilisée. Il est alors possible de confirmer qu'il y a un pôle commun, signalé sur la figure par le cercle kaki, entre la matrice (en rouge) et la macle (en bleu). Ce pôle représente le plan de maclage, du type $\{10\bar{1}2\}$, délimitant la macle et la matrice. L'axe de rotation $<11\bar{2}0>$ associé, et autour duquel le maclage se fait, est signalé sur la figure III-17c par un carré noir.

La figure III-17d donne les directions $<10\bar{1}\bar{1}>$ de la matrice et de la macle. L'une de ces directions se doit d'être la direction de maclage associée au plan de maclage $\{10\bar{1}2\}$. On peut constater qu'il y a effectivement un pôle commun entre la macle et la matrice (dans le cercle kaki). Cette direction se trouve dans le plan de maclage et est orthogonale à l'axe de rotation.

Le cisaillement subi par la macle est déterminé grâce aux plans complémentaires au plan de macle, dans le cas d'une macle $\{10\bar{1}2\}$, les plans complémentaires sont eux aussi des plans $\{10\bar{1}2\}$. La figure III-17e montre les normales de ces plans complémentaires avant maclage (cercle bleu) et après maclage (cercle rouge). Les plans correspondants sont

symbolisés par les traits rouges avec les points soit bleu soit rouge. La rotation subie par les plans complémentaires, de la matrice à la macle, donne le cisaillement représenté par les flèches noires.

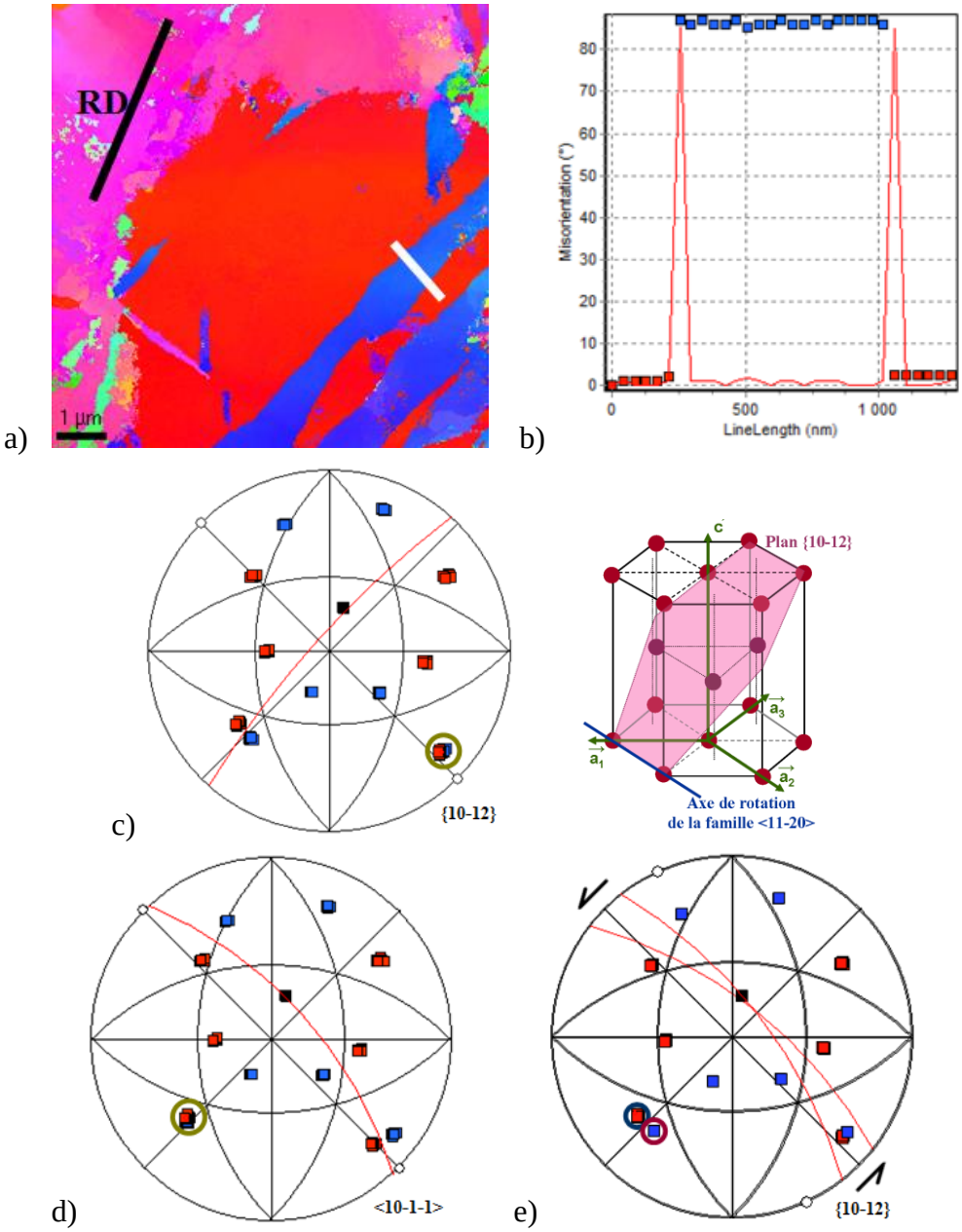


Figure III-17 : différentes étapes de l'étude d'une macle. a) cartographie zoomée sur la macle étudiée, b) suivi des désorientations le long d'une ligne et les figures de pôles associées à la ligne avec c) les plans $\{10\bar{1}2\}$, d) les directions $<10\bar{1}\bar{1}>$ et e) les plans $\{10\bar{1}2\}$ avec le cisaillement.

La même procédure d'indexation des systèmes de maclage est utilisée pour l'ensemble des macles repérées sur les 7 cartographies d'orientation effectuées sur des échantillons sollicité en laminage symétrique. Ce travail est intégralement reporté en annexe A et résumé dans le tableau III-1.

Tableau III-1 : liste des macles observées dans les cartographies en laminage symétrique.

Séance MET	**Carto**	**Macle**	**Orientation par rapport à RD**	**Désorientation par rapport au grain**	**Direction de maclage**	**Plan commun macle-grain**	**Macle**
1	1	A	7°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B	7°	82°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		C	-10°	48°	<20-21>	{10-14}	simple {10-14}
		D	-60°	32°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		E	18°	85°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		F	-6°	66°	<30-32>	{10-13}	simple {10-13}
	2	A	-1°	87°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B	3°	89°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		C	3°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		D	5°	88°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		E	-6°	85°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		F	35°	84°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		G	-9°	28°	aucun	aucun	double {10-13}-{10-12}
		H	15°	81°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		I	4°	87°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		J	-42°	88°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
	3	A	40°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B	9°	85°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		C	-28°	82°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		D	-10°	82°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		E	10°	87°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		F	-10°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		G	48°	53°	<20-21>	{10-14}	simple {10-14}
		H	16°	64°	<30-32>	{10-13}	simple {10-13}
		I	18°	64°	<30-32>	{10-13}	simple {10-13}
	4	A	48°	81°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B	-52°	33°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		C	-38°	89°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		D	-49°	87°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		E	51°	88°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
2	1	A	-31°	88°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B	37°	35°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		C	-47°	67°	<30-32>	{10-13}	simple {10-13}
		D	38°	32°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		E_1	39°	58°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		E_2	57°	84°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		E_3	37°	39°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		F	76°	56°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}

	2	A	27°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B	10°	47°	<20-21>	{10-14}	simple {10-14}
		C	-9°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		D	-56°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		E	24°	82°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		F	22°	87°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
	3	A	11°	88°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B	12°	83°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		C	19°	84°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		D	-81°	50°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		E	17°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		F	83°	57°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		G	-60°	37°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		H	21°	82°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		I	-17°	82°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		J	-30°	85°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		K	9°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}

Synthèse : les macles repérées en laminage symétrique sont principalement des macles du type $\{10\bar{1}2\}$, à hauteur de 70 %. Les autres macles étant des macles $\{10\bar{1}1\}$ qui correspondent à 9 % des macles, des doubles macles $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ et des macles $\{10\bar{1}3\}$ (7 % chacun des macles totales). Ainsi que 3 macles $\{10\bar{1}4\}$ et une macle double macle $\{10\bar{1}3\}$-$\{10\bar{1}2\}$.

Les orientations des macles par rapport à la direction de sollicitation ont fait l'objet d'une attention particulière. Elles ont été systématiquement mesurées et reportées dans le tableau III-1. Le schéma de la figure III-18 illustre la distribution de ces orientations par rapport à la direction de laminage.

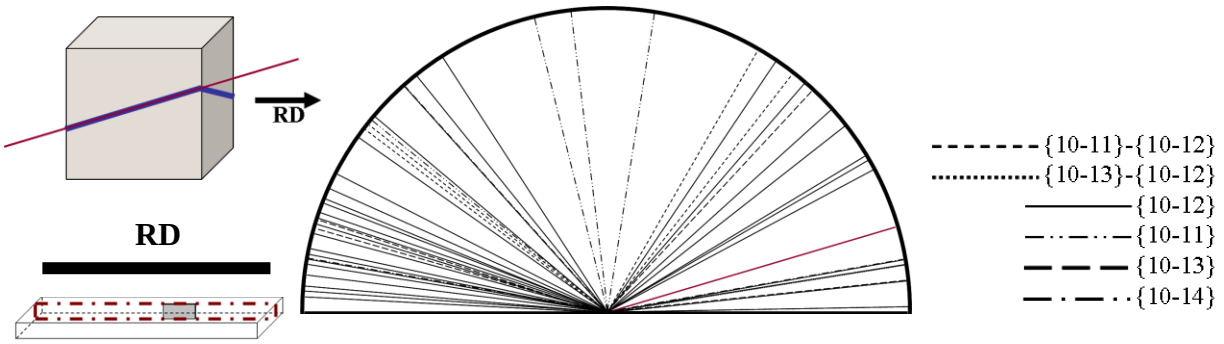


Figure III-18 : schéma représentant l'orientation des macles par rapport à la direction de laminage et selon leur type, vue dans la tranche d'un échantillon avec un exemple de macle $\{10\bar{1}2\}$.

On notera qu'une forte proportion de macles présente une orientation sensiblement différente de 45° par rapport à la direction de laminage. Il faut rappeler que la sollicitation est telle que les macles orientées à 45° de la direction RD sont les plus sollicitées par le laminage.

D.1.5. Cisaillement

Deux essais de cisaillement ont été réalisés sur une même tôle laminée de manière symétrique avec une vitesse des rouleaux de 15 tours/min. Un autre essai est réalisé sur une tôle différente, laminée de manière symétrique avec une vitesse de rouleau plus lente, de 2 tours/min. La figure III-19 montre les courbes contrainte – déformation plastique de ces trois essais. Pour les deux tôles, les contraintes maximales se situent entre 105 et 115 MPa. Par contre, entre la tôle laminée avec des vitesses rapides et celle laminée avec des vitesses lentes, il existe une nette différence au niveau de la limite élastique et la contrainte à la rupture. Dans le cas d'un laminage rapide (15 tours/min) la limite élastique, située vers 100 MPa, est plus élevée que pour un laminage lent, 80 MPa. Quant à la déformation à la rupture, elle se situe entre 0,16 et 0,19 pour le laminage à grande vitesse contre 0,20 pour des vitesses plus faibles.

Cette différence de vitesse provoque une différence dans l'écrouissage qui aura un impact certain sur les propriétés mécaniques de l'alliage. En étant laminée plus lentement, la tôle va subir un écrouissage moins important, les conditions de recristallisation seront modifiées et par là même la microstructure. Plus la vitesse de laminage sera rapide, plus le durcissement structural sera grand. Ainsi pour des grandes vitesses, la déformation plastique sera plus limitée et la limite élastique plus élevée.

Toutefois les résultats de ces trois essais de cisaillement indiquent aussi une instabilité dans le matériau, de laquelle découle la mauvaise reproductibilité observée notamment entre les deux échantillons laminés avec des vitesses rapides. A cause de ce problème de reproductibilité, les résultats de ces essais de cisaillement sont à considérer avec une certaine méfiance.

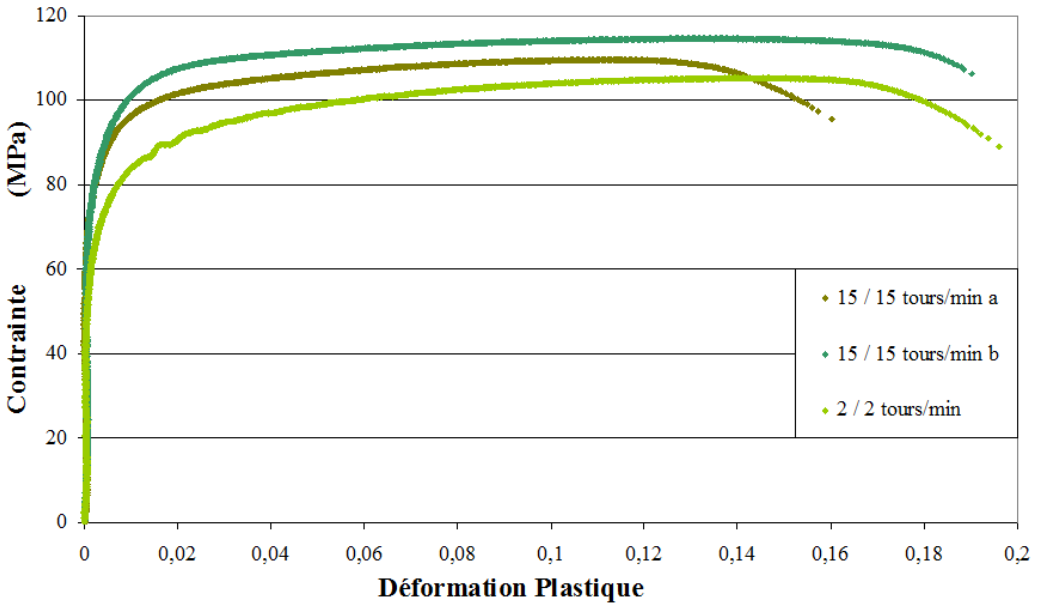


Figure III-19 : essais de cisaillement sur deux tôles laminées de manière symétrique, mais avec des vitesses de rouleaux différentes, 15 tours/min et 2 tours/min. Le cisaillement est appliqué dans le plan normal à la direction de laminage.

D.1.6. Conclusion du laminage symétrique

Les échantillons laminés de manière symétrique présentent une bonne allure extérieure, exempte de fissures. Néanmoins des macles de type $\{10\bar{1}2\}$ sont fortement présentes, mais leur orientation et leur existence sont difficilement explicables. Le matériau présente, après le laminage symétrique, une forte texture fibre avec les plans {0002} parallèles à la surface.

D.2. Laminage asymétrique

Le laminage asymétrique de l'alliage AZ31 s'est avéré très difficile à mener à bien. Malgré l'optimisation des conditions de température, il a été rarement possible de produire un échantillon sans fissure ou sans marque de localisation de la déformation. L'instabilité plastique semble être la règle, la stabilité mécanique l'exception. En conséquence, une bonne part des observations présentées dans cette section vont concerner l'endommagement du matériau avec comme objectif d'en cerner les caractéristiques.

D.2.1. Observation macroscopique

Les observations en surface des échantillons laminés de manière asymétrique présentent plusieurs spécificités. Tout d'abord, les deux surfaces n'ont pas le même aspect. La surface en contact avec le rouleau supérieur est plus mate et présente parfois des marques à intervalles réguliers, tous les 5 mm environ. Quant à la surface inférieure en contact avec le rouleau lent, elle est brillante et montre de ridules parallèles entre elles et orientées dans le sens de la largeur de l'éprouvette, tel qu'il est possible de le voir sur la figure III-20. Ces

observations suggèrent que lors du laminage asymétrique, l'échantillon est entraîné par le rouleau rapide et qu'il y a glissement et frottement sur le rouleau lent.

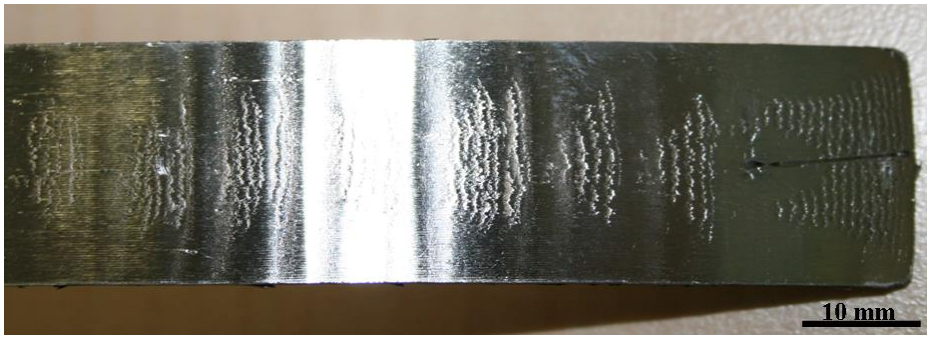


Figure III-20 : ridules apparaissant à la surface en contact avec le rouleau lent lors de laminage asymétrique.

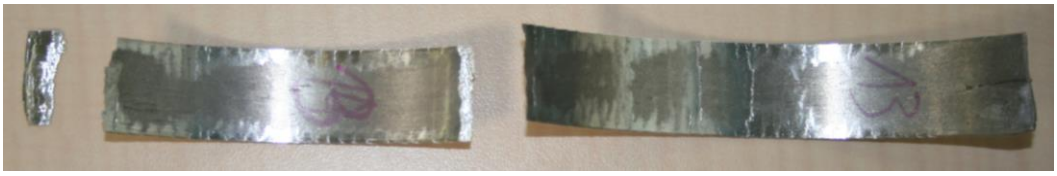
Les échantillons laminés dans ces conditions non conventionnelles présentent des fissures sur leurs rives. Ces fissures sont d'autant plus nombreuses que le taux de réduction par passe est important. Elles conduisent rapidement à la rupture de l'échantillon. Ainsi, la figure III-21a présente un échantillon, laminé de manière asymétrique en une seule passe de 50 %. On notera une double cassure et la présence de nombreuses fissures en bordure de l'échantillon. A l'inverse, la figure III-21b illustre le cas d'un laminage à 50 % de réduction totale aussi, mais réalisé en trois passes. Le laminage en plusieurs passes a donné lieu à un nombre beaucoup plus restreint de fissures. Ce dernier échantillon à toutefois subi in fine une rupture à l'endroit où l'on a pu noter des fissures traversant l'échantillon de part en part en formant des 'allumettes' similaires à celles qui avaient été notée en laminage à froid (voir paragraphe précédent 'Laminage à froid'). Force est de conclure que même si la capacité de déformation de l'AZ31 en laminage asymétrique est meilleure en utilisant des plus petites réductions par passes, le risque d'endommagement par localisation de la déformation reste très marqué.

On pourra s'étonner de ce que la littérature ne mentionne que peu cette absence de fiabilité du laminage asymétrique des alliages de magnésium. Il est vrai que les conditions opératoires peuvent différer de manière substantielle (température, taux de réduction) d'une étude à l'autre. En particulier, la largeur de la plaque laminée semble avoir une incidence essentielle sur la capacité de l'alliage à accepter ce mode de déformation. En effet la figure III-21c montre deux échantillons laminés dans les mêmes conditions, mais présentant des largeurs initiales différentes. Le premier échantillon de 20 mm de largeur, a clairement souffert davantage du laminage que l'autre échantillon dont la largeur est de 50 mm. Une plus grande largeur sera donc recherchée. Cette dimension est toutefois limitée par la capacité du laminoir. Dans les publications sur le laminage de l'AZ31, la largeur des échantillons laminés est très rarement précisée, toutefois dans les quelques travaux donnant ce détail, on trouve des largeurs de 30 mm [Styczynski 04], de 80 mm [Huang 09-d] et de 100 mm [Kim

09]. Dans le cadre de cette étude, la largeur moyenne des échantillons est de 30 mm +/- 5 mm.

Pour expliquer cette sensibilité, il suffit de remarquer que la déformation au centre de l'échantillon est plus contrainte et exempte des relaxations qui peuvent s'opérer en rives de l'échantillon. La fissuration est à l'évidence corrélée à ces relaxations. Dans les échantillons larges, c'est le rapport plus faible entre le volume de matière proche des rives et le volume subissant un véritable état de contrainte plane qui promeut une déformation globalement plus homogène.

a)



b)

c)

Figure III-21 : photos d'échantillons laminés en asymétrique jusqu'à 50 % de réduction totale a) en une seule passe, b) en 3 passes et c) deux échantillons de différentes largeurs initiales, 50 mm (haut) et 20 mm (bas), laminé jusqu'à 50 % de réduction en respectivement 4 et 3 passes.

Taux de cisaillement

Le taux de cisaillement introduit par l'asymétrie du laminage est suivi grâce à des marques faites sur la rive de l'échantillon, comme montré sur la figure III-22.

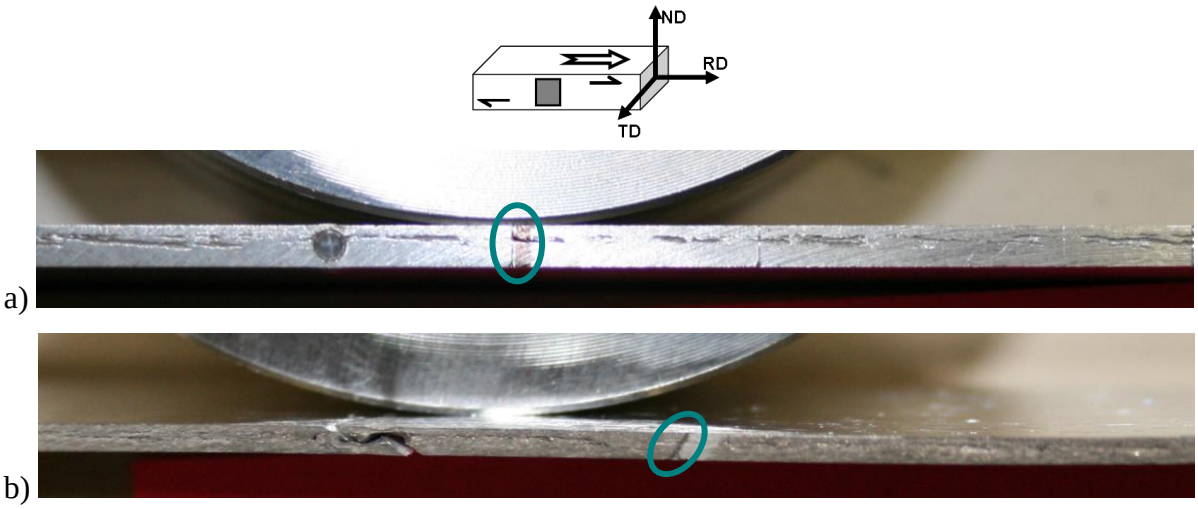


Figure III-22 : rive d'un échantillon a) avant laminage (épaisseur 1,96 mm) et b) après 3 passes de laminage asymétrique (épaisseur 1,29 mm)

Le détail de la détermination du taux de cisaillement effectif est présenté dans l'annexe C [Halloumi 12]. La figure III-23 montre que l'allure du cisaillement par rapport à la réduction suit une droite passant par l'origine. La pente du cisaillement effectif (1,51) est moins importante que celle du cisaillement apparent (2,07), cette différence est due au fait que la compression tend à accentuer le cisaillement, une correction pour passer au cisaillement effectif est donc nécessaire pour un meilleur suivi du cisaillement introduit par l'asymétrie lors du laminage. Le taux de cisaillement effectif ne dépasse pas 0,8.

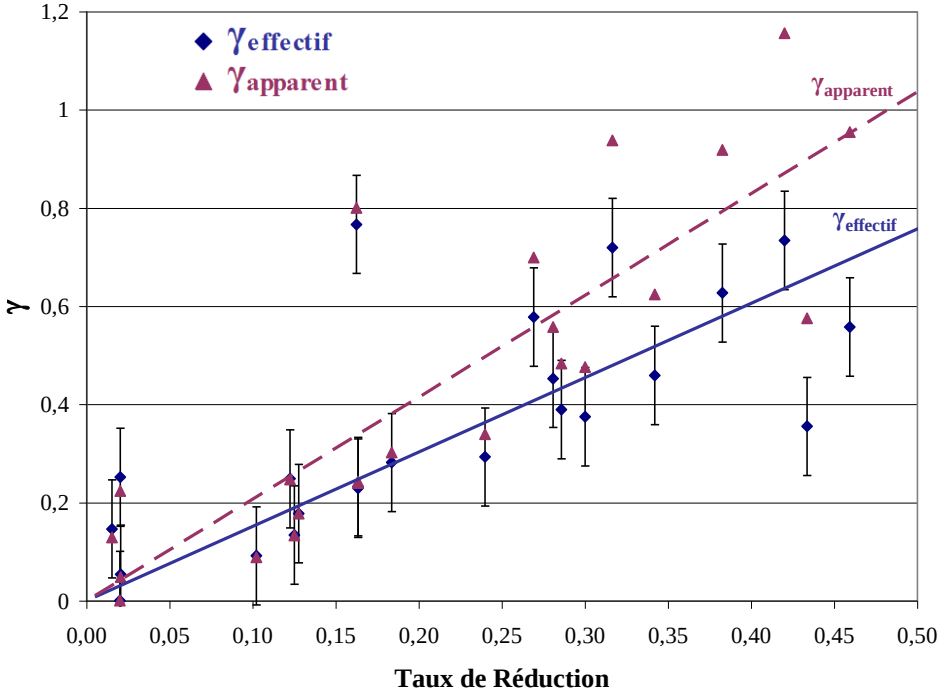


Figure III-23 : cisaillements effectif et apparent en fonction du taux de réduction cumulé pour des échantillons laminés de manière asymétrique.

D.2.2. Microscopie optique

La microstructure des échantillons laminés est montrée en figure III-24. En observant selon ND (figure III-24a), la taille de grain après 50 % de réduction est équivalente à celle avant laminage, avec une valeur moyenne proche de 10µm. La morphologie des grains à la surface est aussi très semblable à celle du brut de réception par la forme équiaxe des grains. Néanmoins sur la rive, selon TD (figure III-24b) les grains diffèrent avec un rapport de forme plus allongé et un aspect plus chaotique.

La différence essentielle par rapport aux échantillons bruts de réception tient dans la présence d'un très grand nombre de macles. Les macles sont réparties de manière homogène dans les grains sur toute la surface observée. Dans la rive, la grande quantité de macles rend la microstructure moins nette, les joints de grains sont plus difficilement repérables. Dans un grain donné, les macles ont une orientation plus ou moins parallèle entre elles. On ne note pas de continuité de l'orientation des macles d'un grain à l'autre.

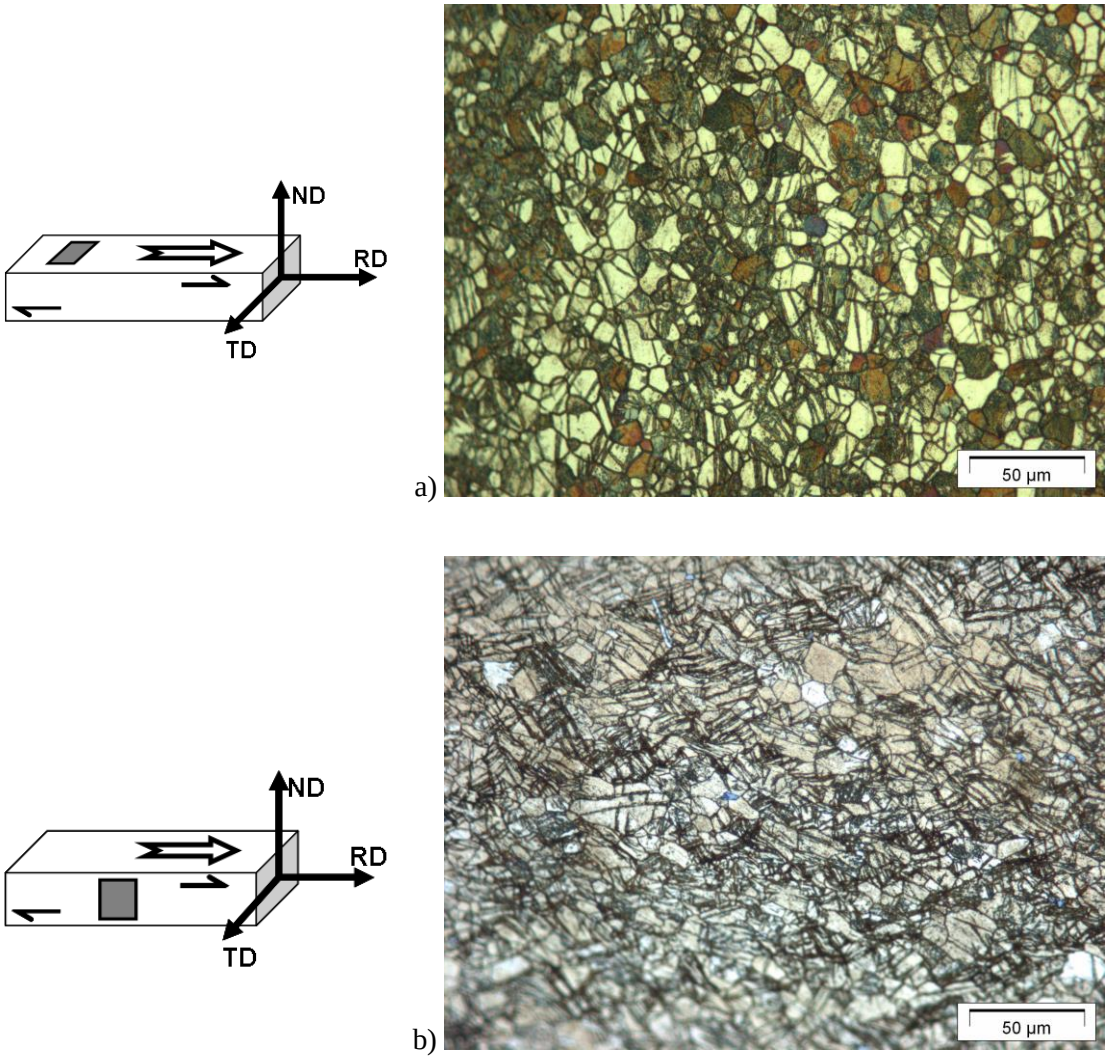


Figure III-24 : microstructure de la surface normale à ND (a) et de la rive (b) d'un échantillon laminé en asymétrique jusqu'à 50 % de réduction en 5 passes (a) et en 4 passes (b).

D.2.3. Texture cristallographique

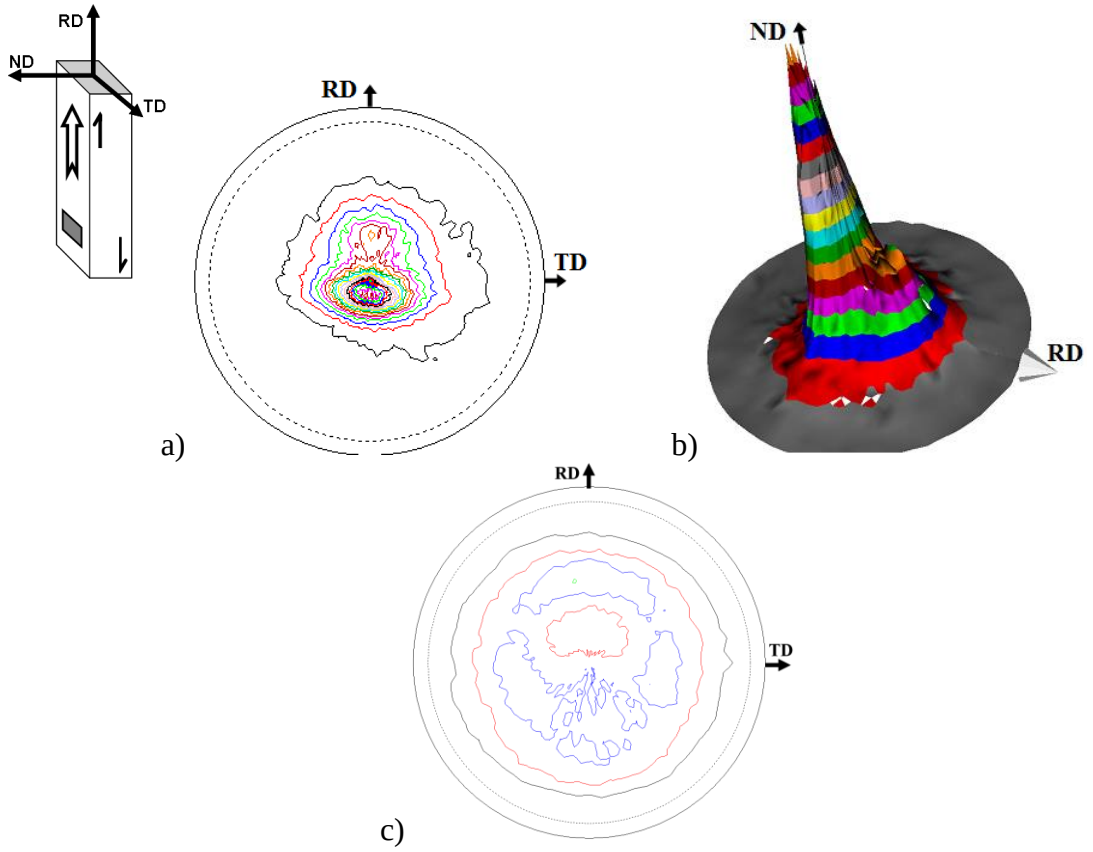


Figure III-25 : texture {0002} obtenue avec l'échantillon laminé en asymétrique a) figure de pôles et b) en 3 dimensions, I_{max} = 10. Et c) figure de pôle $\{10\bar{1}1\}$ associée. (pas de 0,5 entre les différentes courbes de niveaux)

Différentes mesure de textures ont été faites. Les échantillons présentent systématiquement une texture {0002} avec une isotropie dans le plan de la tôle. Un exemple de texture obtenue avec des échantillons laminés asymétriquement est présenté à la figure III-25. Elle diffère de façon notable à la fois de son état initial et de celle relative au laminage conventionnel. En effet, pour cette texture, l'orientation principale forme toujours un pic intense, d'une intensité maximale d'environ 10, mais décentrée de 5° à 10° de ND. Le sens de cette déviation est contre-intuitif. En effet le pic se déplace systématiquement en sens opposé au cisaillement produit par le différentiel de vitesse entre les rouleaux du laminoir.

Un second pic plus ou moins diffus est aussi présent, à une trentaine de degrés de la normale et dirigé vers RD. Le laminage s'effectue avec le rouleau supérieur plus rapide, cette déviation se fait vers l'avant dans le sens du cisaillement.

La désorientation du pic principal correspond à celle observée par Huang et al. [Huang 08-a]. Comme exposé précédemment, Huang et al. relient l'émergence de cette composante à la formation de bandes de cisaillement. Dans le cas présent également, si l'échantillon laminé asymétriquement est observé sur la rive (figure III-26), des fissures sont clairement visibles, parallèles entre elles. L'inclinaison de ces fissures correspondes en termes d'angle et de sens aux bandes de cisaillement présentées par Huang et al.. Ces fissures

peuvent à certains endroits aller de part en part de l'échantillon et entraîner la rupture. Elles apparaissent après 3 ou 4 passes selon les échantillons

La conclusion principale des observations texturales est que les composantes qui apparaissent semblent associées à l'émergence des bandes de cisaillement et provoquées par l'asymétrie du laminage. Ces bandes de cisaillement sont clairement liées à l'origine de la rupture du matériau.

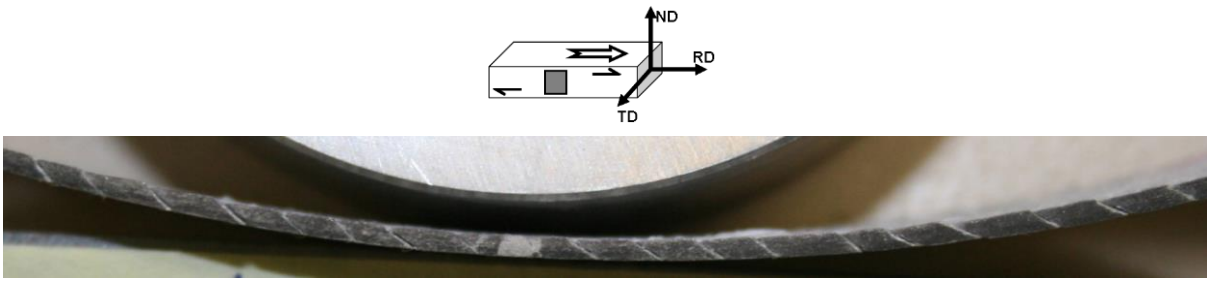


Figure III-26 : photo de la rive d'un échantillon laminé en asymétrique montrant des fissures parallèles entre elles et dans le sens inverse du cisaillement, après 4 passes de laminage (épaisseur 1,11 mm).

D.2.4. Suivi durant le laminage

Pour atteindre un état laminé en asymétrique avec une réduction totale de 50 %, il a été nécessaire d'imposer une séquence constituée d'une succession de traitements thermiques à 773 K pendant 10 min, afin que l'échantillon rentre chaud dans l'entrefer, et de passes de réduction en laminage asymétrique. Les observations qui suivent permettent d'appréhender les mécanismes physiques impliqués aux différentes étapes de ce procédé.

Microstructures

Pour analyser l'état microstructural avant chaque passe de laminage, des échantillons ont été systématiquement prélevés après la précédente passe de laminage et ont subi un traitement thermique équivalent à celui subi par l'échantillon juste avant d'être laminé.

La figure III-27 présente les états structuraux tels qu'observés en microscopie optique sur la rive de l'échantillon après traitement thermique pour chaque passe.

Ces micrographies montrent que les macles apparaissent dès la première passe de laminage, puis à chacune des autres passes. Les microstructures présentées à gauche, et qui correspondent à l'état de l'échantillon à l'entrée des rouleaux, ne présentent aucune macle. De fait, l'échantillon recristallise durant sa mise en température au point de retrouver une microstructure proche de celle du brut de réception.

La microstructure finale obtenue semble donc être uniquement le résultat de la dernière passe car la microstructure est quasiment réinitialisée avant chaque passe.

L'échantillon étant laminé en plusieurs passes, il avait été naturellement admis que à l'instar du cisaillement (voir le paragraphe sur le taux de cisaillement), chacune d'entre elles aurait un impact qui s'ajouterait au précédent. C'est-à-dire que chaque microstructure

découlerait de celle de la passe précédente ; et ce jusqu'à donner une microstructure finale résultante de l'accumulation des différentes passes. L'observation faite va donc totalement à l'encontre de ce qui était attendu et espéré.

Il faut donc déduire de ces constatations que la mise en température de l'échantillon entre chaque passe a une conséquence non négligeable sur la microstructure du matériau final et par ce biais, sur les propriétés mécaniques. Cette remarque amène aussi à considérer les résultats présentés dans la littérature avec plus de circonspection compte tenu des températures de laminage parfois très élevées (798 K et 828 K [Huang 11]) ou des traitements thermiques post-laminage réalisés avant les analyses (523 K durant 3 min [Watanabe 07], 573 K durant 3 h [Huang 08-a, 08-b, 09-a] ou 373 K durant plus de 10 h [Kim 09]).

Le traitement thermique ne semble toutefois pas annuler la totalité de la microstructure en sortie de laminoir : la taille des grains fluctue d'une étape à l'autre. Elle était de 10 µm pour le matériau brut de réception et apparaît totalement hétérogène après les deux premiers passages dans le laminoir, présentant une distribution bimodale caractéristique d'une recristallisation partielle de l'échantillon. Cette hétérogénéité se résorbe en augmentant le nombre de passes. On observe ainsi après la dernière passe une microstructure plus affinée avec des grains difficilement discernables du fait notamment de la grande concentration de macles. Pour l'essentiel, ces observations montrent que le laminage, effectué ici en passes successives, ne s'apparente pas à un simple cumul de déformation plastique d'une passe à l'autre. Cet état de fait est à rapprocher de l'amélioration de la ductilité observée avec cette gamme de traitements thermiques par rapport à une simple réduction de 50 % en une passe.

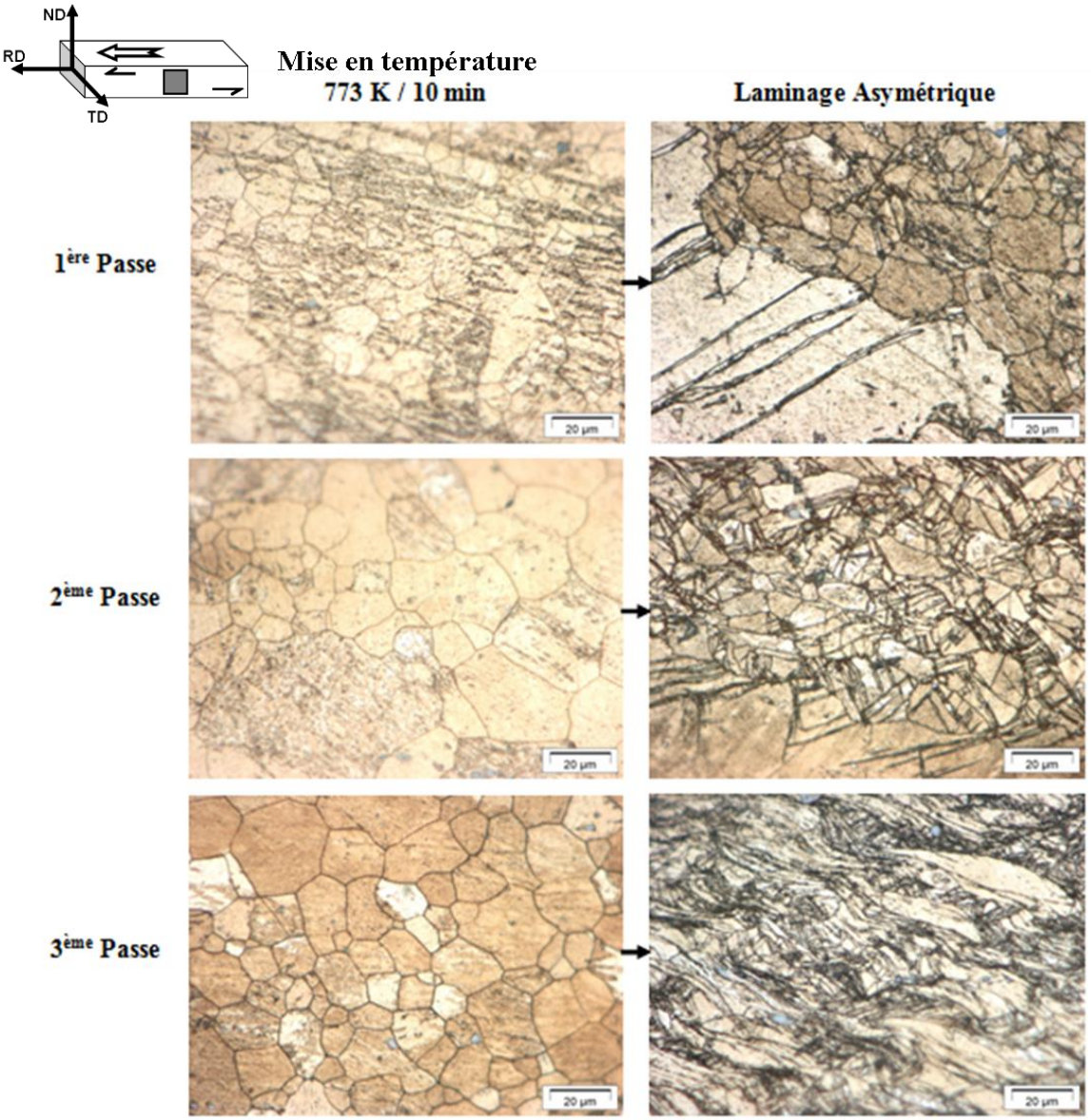


Figure III-27 : suivi de la microstructure à chaque étape durant un processus complet de laminage asymétrique.

Textures cristallographiques

Les textures relatives aux microstructures du paragraphe précédent, sont présentées dans la figure III-28.

Tout comme pour la microstructure, il était attendu que la texture finale soit un cumulé des textures obtenues après chaque passe. Et pour la texture aussi, les résultats obtenus diffèrent de ce qui était espéré.

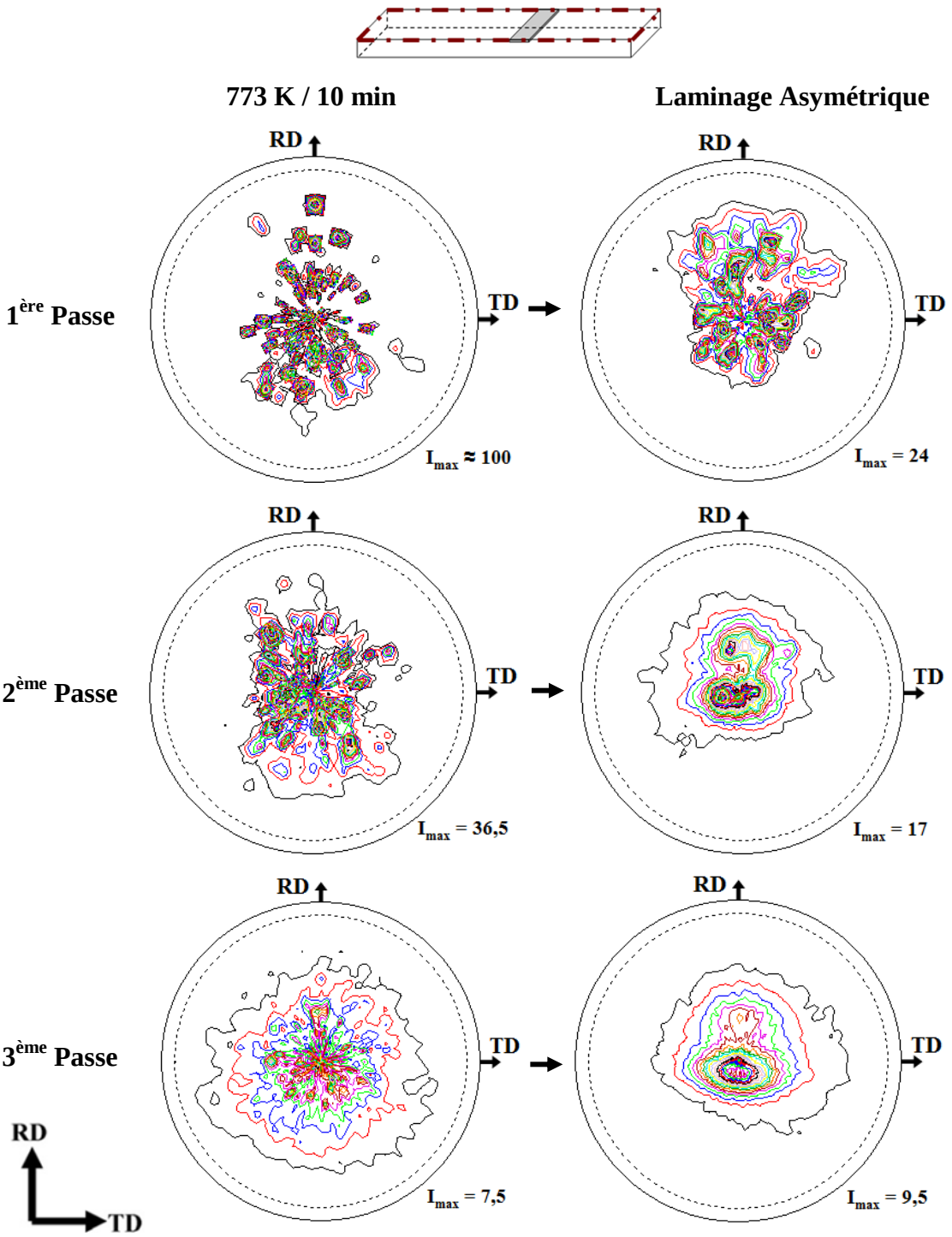


Figure III-28 : suivi de la texture à chaque étape durant un processus complet de laminage asymétrique. (pas de 0,5 entre les différentes courbes de niveaux)

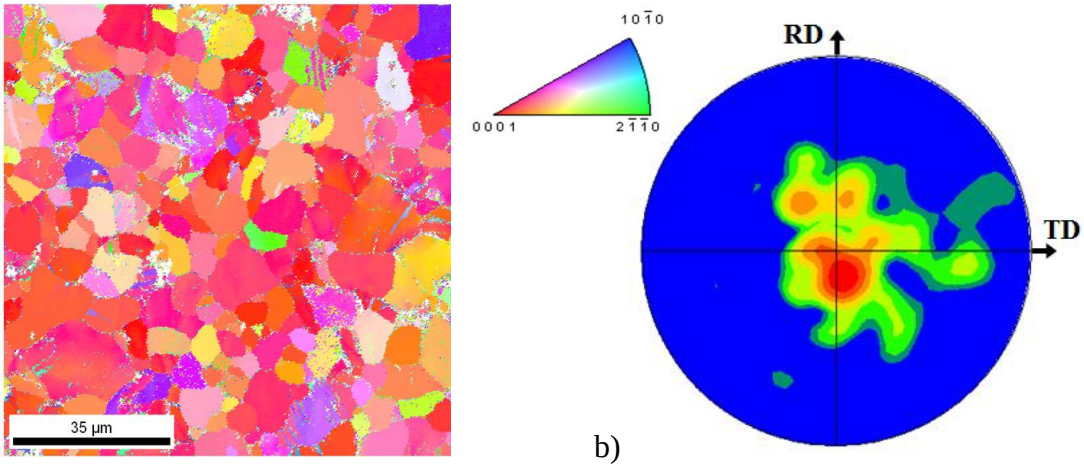
Une très forte évolution de la texture est constatée à chaque traitement thermique pré-laminage. Ceci confirme qu'il y a recristallisation du matériau avant chaque passe du fait de la phase de mise en température de l'échantillon. La texture du matériau brut de réception chauffé à 773 K pendant 10 min présente une texture représentative d'une microstructure à gros grains avec quelques composantes très marquées du fait du nombre restreint de grains diffractant pour une taille de sonde donnée (3 mm de diamètre). Le laminage induit des

désorientations intragranulaires qui se traduisent par un aspect plus diffus des pics de diffraction. Cette tendance est toujours présente après le traitement thermique précédent le 2ème passage, mais en moins accentuée. Au-delà de cette étape, que ce soit après laminage ou après traitement thermique, la figure de pôles est plus représentative d'une texture moyenne, l'échantillonnage s'effectuant sur des grains plus petits et donc plus nombreux.

Il a été vu précédemment que la texture finale obtenue lors d'un laminage asymétrique présente deux pics d'intensités différentes. Ces deux pics distincts sont clairement visibles dès la deuxième passe. L'élément marquant de cette série de mesures est la quasi disparition du second pic lors du traitement thermique. Ceci est particulièrement visible lors du 3ème et dernier passage. La concomitance de l'apparition (respectivement, la disparition) de cette composante et des macles lors du laminage (respectivement du traitement thermique) suggère fortement que le second pic est représentatif de l'orientation des macles. Ce point sera toutefois contredit par les résultats suivants.

D.2.5. Microscopie électronique

MEB



a) b)

Figure III-29 : cartographie EBSD d'un échantillon laminé en asymétrique jusqu'à 50 % de réduction en 5 passes (a) et la texture associée (b)

Les échantillons laminés jusqu'à 50 % de réduction asymétriquement sont analysés au MEB par EBSD. A partir des données obtenues, des cartographies d'orientation sont construites, la figure III-29a montre l'une d'elles. Elle diffère peu de la cartographie de l'échantillon brut de réception, avec toutefois une gamme d'orientations plus étendues. Ceci est perceptible au travers du code de couleurs sachant qu'à chaque couleur correspond une orientation spécifique indiquée par la portion de projection stéréographique associée à la cartographie. La coloration rouge associée, de manière standard pour les cartographies EBSD, à la direction <0001> alignée avec ND, est moins marquée dans le cas présent. Cette évolution est compatible avec la mesure aux rayons X présentée précédemment.

De plus en regroupant les orientations de la cartographie EBSD, la figure de pôles {0001}, montrée sur la figure III-29b, peut être construite. Cette figure de pôles est elle aussi compatible avec les analyses de texture cristallographique réalisées par DRX.

Une caractéristique majeure de cette observation en EBSD est l'absence quasi-totale de macles à l'intérieur des grains (figure III-29a). Seules quelques macles très espacées les unes des autres sont apparentes. Cette observation est en contradiction flagrante avec celle présentée sur les microscopies optiques de la figure III-24a.

Ces constatations signifient que, bien qu'optimisé, le traitement thermique utilisé pour faciliter la mesure EBSD fait disparaître un grand nombre de macles de la microstructure.

Afin de vérifier si ce traitement thermique, indispensable à l'analyse EBSD, a un impact sur la texture du matériau, en plus de l'impact sur la microstructure, une analyse de texture est réalisée sur un échantillon ayant subi le même traitement thermique que celui utilisé pour augmenter la quantité et la qualité des lignes de Kikuchi (figure III-30). La texture s'en trouve légèrement modifiée, avec notamment une atténuation du second pic plus accentuée. Le point saillant est que le second pic est toujours présent.

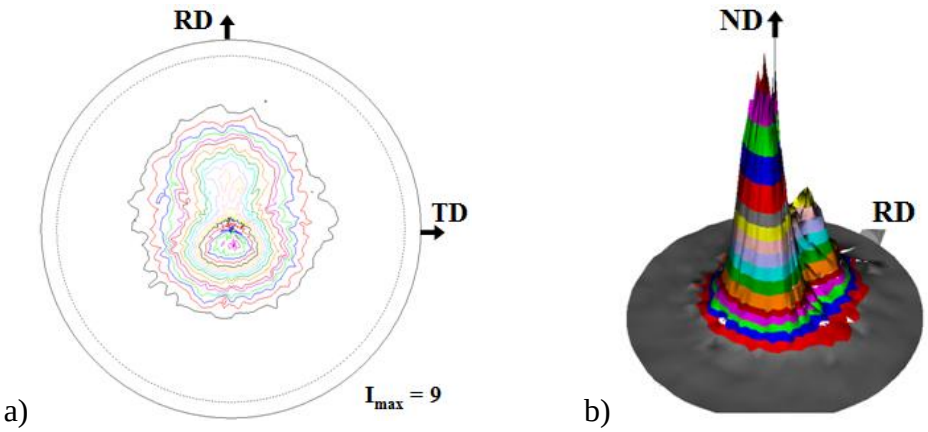


Figure III-30 : texture {0002} (a) et sa représentation 3 dimensions (b) d'un échantillon laminé en asymétrique puis chauffé à 473 K pendant 45 min.

Par ailleurs, grâce au logiciel OIM, il est possible de visualiser les zones correspondant aux composantes de texture particulière. La figure III-31 démontre que l'orientation du premier pic correspond à l'orientation de grains de taille variée répartis aléatoirement dans la cartographie. Par contre, les zones correspondant à l'orientation du second pic ne correspondent pas aux macles, contrairement à ce qui a été supposé précédemment, mais à d'autres grains répartis également de façon homogène dans toute la cartographie et ce sans préférence de taille. Cette constatation exclut de façon définitive le lien suggéré précédemment entre un système de maclage particulier et l'apparition de cette composante de texture spécifique au laminage asymétrique.

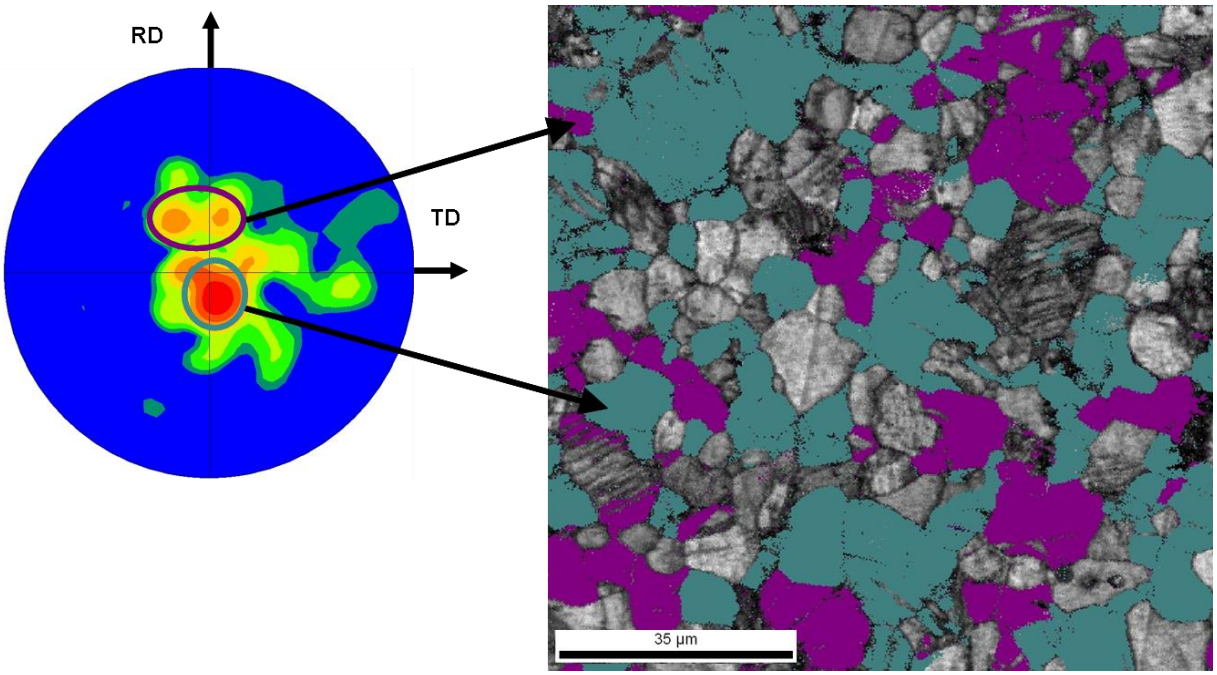


Figure III-31 : mise en évidence sur une cartographie EBSD des zones correspondant à l'orientation de chaque pic sur la texture associée.

MET

Un avantage indéniable de la technique de cartographie en MET par rapport à l'outil EBSD est sa robustesse par rapport à la déformation plastique. Ceci provient de ce que le signal collecté est constitué du réseau de faisceaux diffractés (réseau de Bragg) et non de lignes de Kikuchi. Ces dernières sont connues pour être très sensibles aux distorsions locales induites par la présence de dislocations. Le réseau de Bragg ne connaît pas cette limitation, à telle enseigne que l'outil ACOM est couramment utilisé pour caractériser des échantillons hyperdéformés [Descartes 11].

Ainsi, les cartographies obtenue avec le MET ne nécessitent pas de traitement thermique pour réduire la densité de dislocations. Le fait saillant de ces observations est que les grains observés présentent de nombreuses macles, ce qui est plus représentatif de la microstructure après laminage que les cartographies EBSD considérées précédemment. De plus la répartition des orientations est assez représentative de la texture du matériau. En effet, la plupart des grains observés ont une direction <0001> quasiment parallèle à ND, le code de couleur étant représenté suivant ND, comme en témoigne la couleur rouge dominante de ces cartographies

Deux de ces cartographies réalisées à l'aide du logiciel ACOM sont montrées en figure III-32.

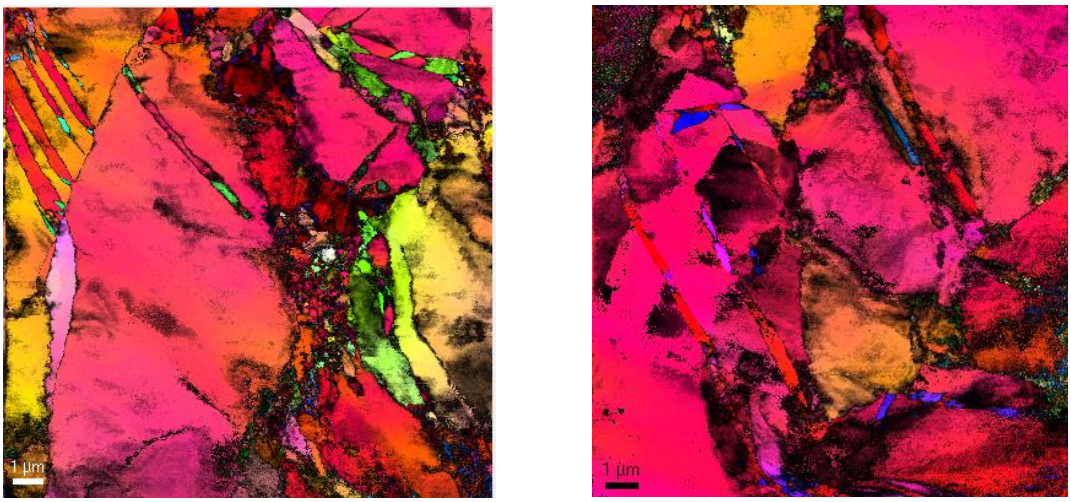
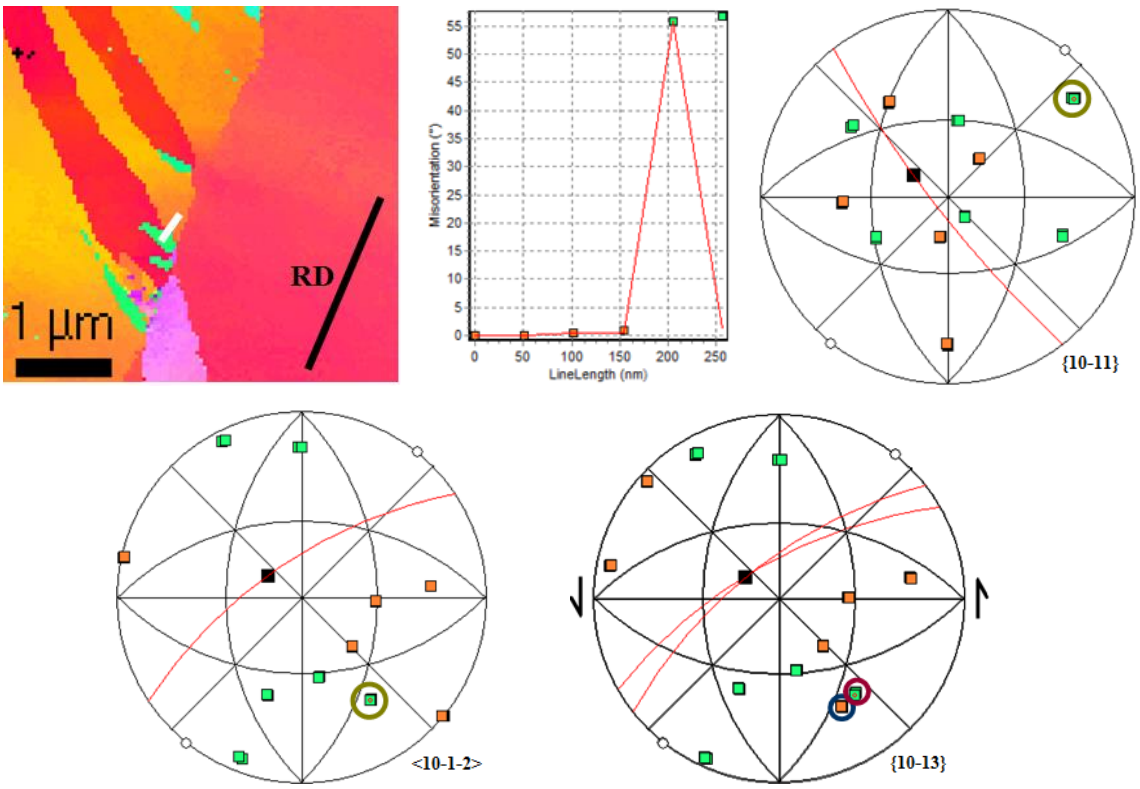


Figure III-32 : exemple de cartographie MET réalisées avec ASTAR pour un échantillon laminé en asymétrique.

L'observation de ces cartographies montre qu'il y a plusieurs types de macles. Elles diffèrent par leurs tailles et l'orientation du plan de macle par rapport à la direction de laminage. De plus, des désorientations au sein même de certaines macles sont observées. Chacune des macles est analysée en détail de la même manière que les échantillons symétriques. La figure III-33 donne un exemple de ce type d'analyse dans le cas particulier d'une double macle orientée à 48° de la direction de laminage.

Analyse des systèmes de maclage

a)



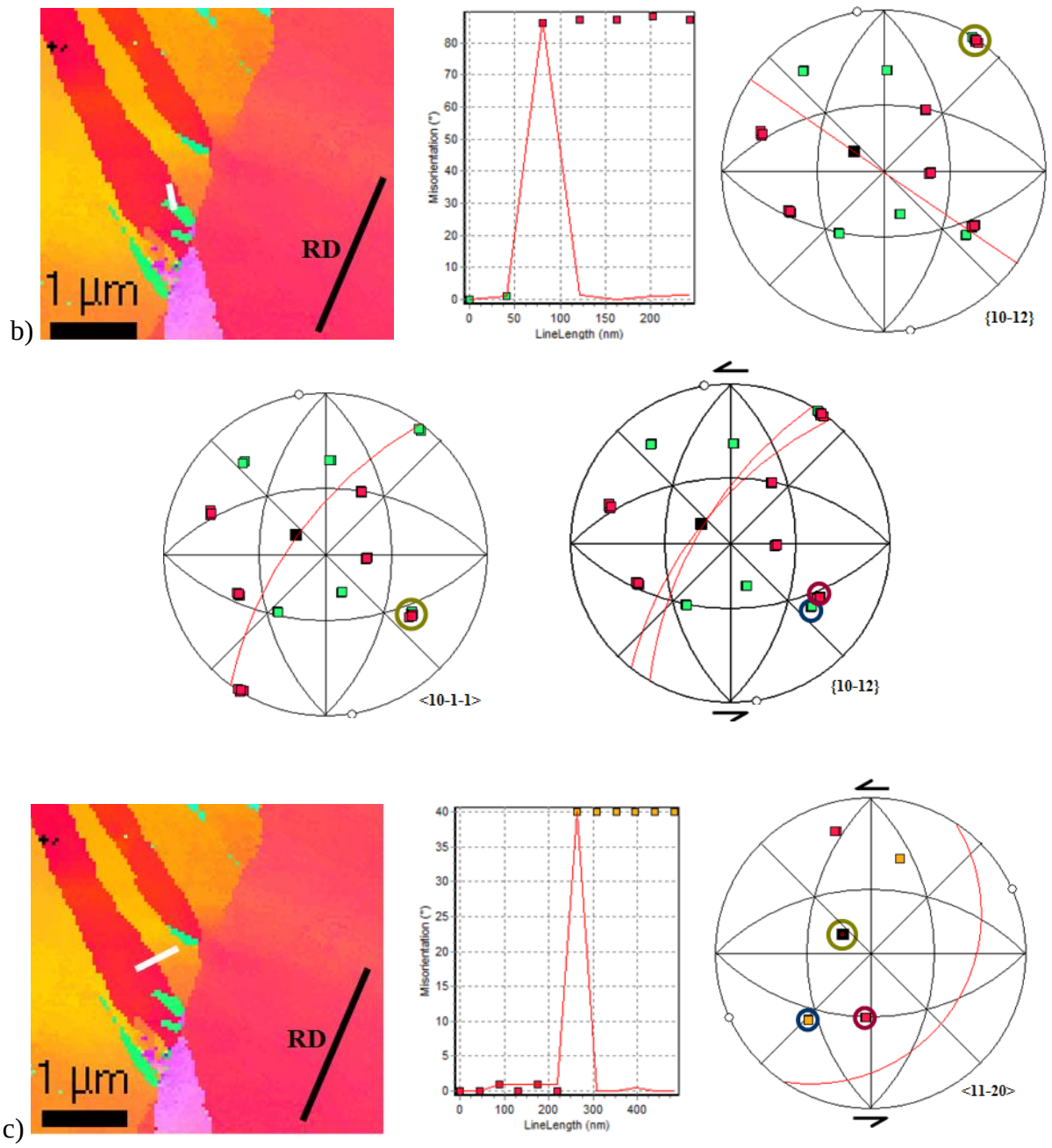


Figure III-33 : étude d'une double macle par ASTAR en 3 lignes, a) 1ère ligne, b) 2ème ligne et c) 3ème ligne

Pour identifier de manière non ambiguë un système de deux macles combinées, c'est-à-dire une double macle, plusieurs critères sont utilisés.

Pour commencer, la macle primaire $\{10\bar{1}1\}$, désorientée de 55° autour d'un axe $<11\bar{2}0>$ (figure III-33a), est identifiée à partir de la méthode d'identification de macle simple présentée précédemment (paragraphe 'Détermination du système de maclage' de la partie 'Laminage symétrique').

La figure III-33b montre la deuxième étape correspondant à l'étude de la désorientation observée à l'intérieur de la macle primaire (de la partie verte à la partie rouge).

En procédant de la même manière que pour la macle primaire, il est possible de conclure à une macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 85° par rapport à la macle primaire.

Avec ces informations, il est d'ores et déjà possible de supposer que la double macle est de type $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$. Mais cette affirmation doit toutefois être confirmée par une troisième et dernière étape. Cette étape (figure III-33c) consiste à étudier la relation d'orientation entre le volume doublement maclé principal et le grain parent. Dans le cas présent une désorientation d'environ 40° est obtenue entre la matrice (orange) et la partie doublement maclée (rouge). Si l'on se réfère aux données rapportées lors de l'étude bibliographique, cette désorientation est effectivement compatible avec un double maclage du type $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$. Toujours d'après l'étude bibliographique, ce double maclage devrait induire une rotation de la maille cristallographique autour d'un ou de deux axes de la famille de direction $<11\bar{2}0>$. Sur la figure de pôle $<11\bar{2}0>$ on peut noter un pôle commun pour le grain et la macle. Ce pôle commun constitue une des caractéristiques permettant de confirmer l'existence du double maclage.

Dans le cas des doubles maclages, le cisaillement peut être déduit de la figure de pôles $<11\bar{2}0>$, à défaut d'avoir un plan complémentaire à suivre. Le cisaillement s'observe à l'aide du déplacement des directions $<11\bar{2}0>$ qui s'opère autour de l'axe de rotation $<11\bar{2}0>$.

La morphologie de cette double macle nous renseigne sur la succession d'évènements qui a conduit à sa formation. En effet, on constatera en premier lieu que l'orientation de la macle est parallèle au plan $\{10\bar{1}1\}$ de la matrice suggérant un premier maclage sur ce système. L'essentiel du volume ainsi délimité présente toutefois une orientation qui n'est plus compatible avec ce premier maclage mais résulte de l'activation en son sein d'un nouveau maclage. Cette deuxième macle qui s'est propagée dans la zone occupée par la première macle, appartient au système $\{10\bar{1}2\}$. Cette macle secondaire possède un plan cristallographique rationnel commun avec la macle primaire, mais pas avec la matrice. L'élément le plus déterminant est l'existence quasi systématique d'un résidu du premier maclage dans l'extrémité du volume maclé, qui est indexé sans difficulté comme étant une macle du type $\{10\bar{1}2\}$.

La présente observation confirme donc les propositions de Barnett et al. et de Hartt et al. [Barnett 08 et Hartt 67] qui suggéraient un double maclage en deux étapes successives plutôt qu'une macle unique d'un système différent tel qu'il était généralement considéré avant ces travaux.

Notons que le grain étudié contient plusieurs macles présentant les mêmes caractéristiques.

Un travail similaire a été fait sur l'ensemble des macles observées dans cet échantillon. Le tableau III-2 récapitule les résultats de cette étude dont le détail est présenté dans l'annexe B.

Tableau III-2 : liste des macles observées dans les cartographies en laminage asymétrique.

Séance MET	**Carto**	**Macle**	**Orientation par rapport à RD**	**Désorientation par rapport au grain**	**Direction de maclage**	**Plan commun macle-grain**	**Macle**
1	1	A_1	13°	54°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		A_2	24°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		A_3	13°	39°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
	2	A_1	-83°	52°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		A_2	72°	87°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		A_3	-83°	39°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		B	32°	37°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		C	-83°	55°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		D	33°	37°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
	3	A	-56°	32°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		B	-56°	37°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		C	68°	39°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		D	33°	66°	<30-32>	{10-13}	simple {10-13}
		E_1	-63°	54°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		E_2	-83°	87°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		E_3	-63°	38°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		F	77°	53°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
	4	A_1	-61°	56°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		A_2	-78°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		A_3	-61°	41°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		B_1	-58°	57°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		B_2	-74°	84°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B_3	-58°	37°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		C_1	-59°	55°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		C_2	-77°	85°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		C_3	-59°	39°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		D_1	-59°	56°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		D_2	-76°	86°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		D_3	-59°	34°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		E	-16°	84°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		F	-63°	57°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		G	-68°	53°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
	5	A	90°	40°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		B	-89°	40°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		C	36°	57°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
2	1	A	13°	55°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		B	-27°	64°	<30-32>	{10-13}	simple {10-13}
	2	A	-33°	49°	<20-21>	{10-14}	simple {10-14}

		B	-13°	57°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
	3	A_1	85°	53°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		A_2	69°	87°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		A_3	85°	39°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		B_1	77°	55°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		B_2	59°	88°	<10-1-1>	{10-12}	simple {10-12}
		B_3	77°	39°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
	4	A	-86°	38°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
	5	A	87°	30°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		B	-89°	33°	aucun	aucun	double {10-11}-{10-12}
		C	17°	55°	<10-1-2>	{10-11}	simple {10-11}
		D	-9°	64°	<30-32>	{10-13}	simple {10-13}

Les types de maclage les plus courants pour le laminage asymétrique sont le double maclage $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ et le simple maclage $\{10\bar{1}1\}$ qui représentent 37 % chacun des systèmes observés. Les autres macles présentes sont les macles $\{10\bar{1}2\}$, à hauteur de 20%, ainsi que deux macles $\{10\bar{1}3\}$ et une macle $\{10\bar{1}4\}$.

Lorsque l'orientation de ces macles par rapport à la direction de maclage est observée (figure III-34), il est clair que l'asymétrie joue un rôle important. Une grande proportion de ces macles forme un angle entre 45° et 55° avec la direction de laminage. Presque toutes sont orientées dans la même direction que le cisaillement appliqué à l'échantillon.

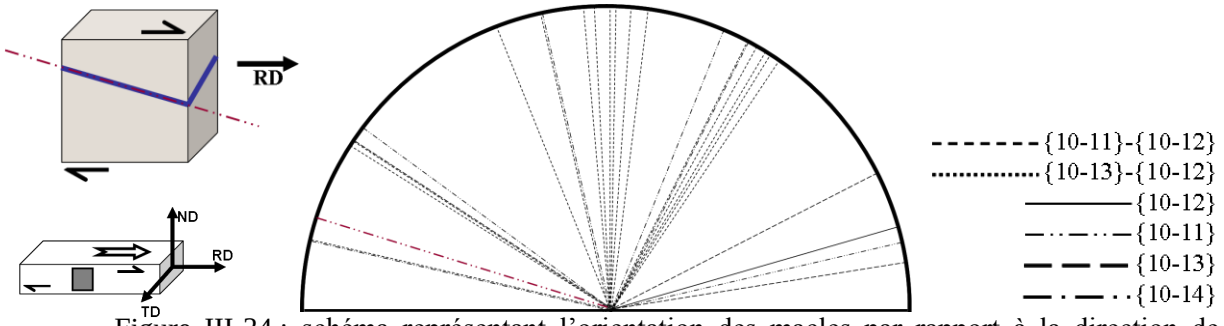


Figure III-34 : schéma représentant l'orientation des macles par rapport à la direction de laminage et selon leur type, vue dans la tranche d'un échantillon, avec un exemple de macle $\{10\bar{1}1\}$.

D.2.6. Cisaillement

La figure III-35 montre les courbes contrainte – déformation plastique des essais de cisaillement réalisés sur les échantillons laminés asymétriquement. Quatre essais ont été réalisés avec des échantillons tirés de deux tôles laminées de façon identique, mais qui se différencient par leur largeur initiale, 36 mm et 50 mm. Un cinquième essai est réalisé sur un échantillon tiré d'une tôle ayant été laminé en une seule passe avec une réduction totale de 11 %.

Le graphique montre une grande irrégularité dans les réponses des échantillons durant l'essai de cisaillement. Deux échantillons tirés d'une même tôle ne se comportent pas de la

même façon, comme par exemple les deux échantillons a et b de la tôle de 36 mm, tout deux ont une limite d'élasticité entre 95 MPa et 110 MPa et leur contrainte maximale atteint entre 105 et 118 MPa, mais la déformation à la rupture montre un grand écart entre les deux échantillons, entre 0,20 et 0,28. Cet écart est dû à la fissuration de l'échantillon b.

La même chose se passe pour les deux échantillons tirés de la tôle de 50 mm. Leur limite élastique est à 80 MPa et leur contrainte maximale à 98 MPa, par contre les déformations à la rupture sont de 0,18 et 0,27. Pour cette tôle, c'est l'échantillon a qui a fissuré en premier.

Outre le problème de fissuration entre deux échantillons d'une même tôle, il y a aussi de grandes disparités de réponse entre deux tôles différentes, en l'occurrence entre la tôle de 36 mm de largeur et celle de 50 mm de largeur. Car si les deux échantillons d'une même tôle ont la même limite d'élasticité, cette limite est différente entre les deux tôles, elle passe de 80 MPa, pour la tôle de 50 mm, à une moyenne de 105 MPa pour la tôle à 36 mm de largeur. De plus, les zones plastiques des courbes étant pratiquement parallèles entre elle, la différence visible sur la limite élastique se retrouve sur la contrainte maximale.

L'échantillon venant de la tôle réduite de 11 % en une passe, possède une limite d'élasticité plus petite que les échantillons précédents, elle se trouve vers 65 MPa. La courbe elle-même n'a pas la même allure que les courbes des échantillons laminés jusqu'à 50 % de réduction, la contrainte maximale est 100 MPa et la déformation à la rupture est 0,23.

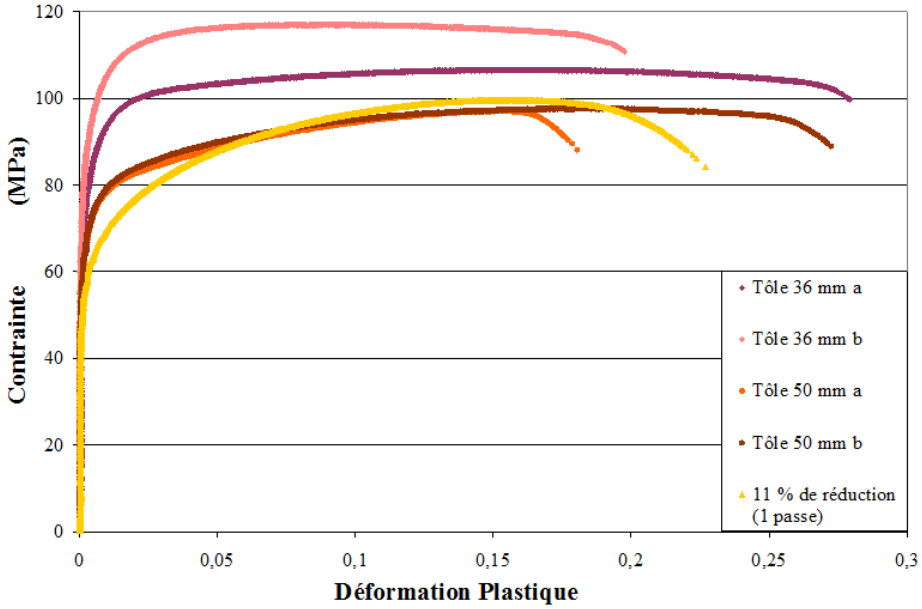


Figure III-35 : essais de cisaillement sur trois tôles laminées de manière asymétrique, avec largeurs initiales différentes, 36 mm et 50 mm, un échantillon n'ayant subi qu'une seule passe de laminage. Le cisaillement est appliqué dans le plan normal à la direction de laminage.

Ces valeurs confirment l'instabilité de l'AZ31 après laminage asymétrique, des faiblesses dans le matériau provoquent des fissures qui se propagent ensuite dans l'échantillon et provoquent la rupture à des déformations beaucoup plus petites. La largeur

initiale pourrait aussi jouer un rôle dans le comportement mécanique des tôles laminées de manière asymétrique, car la limite élastique est différente selon la largeur.

D.2.7. Conclusion du laminage asymétrique

Le laminage asymétrique provoque un endommagement visible des échantillons. Ils se fissurent, parfois jusqu'à la rupture en allumette, et leurs surfaces présentent des irrégularités (ex : ridules). Les allumettes et fissures peuvent être associées à des bandes de cisaillement, ainsi que la texture qui présente deux pics. L'asymétrie peut être suivie grâce au cisaillement lu sur la rive de l'échantillon. Comme en laminage symétrique, des macles sont présentes, mais contrairement aux macles en symétrique, celles-ci sont principalement des doubles macles $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$. Il est aussi mis en évidence que durant le processus de laminage, une recristallisation se produit avant chacune des passes.

Discussion

Le chapitre 3 (Paramètres et résultats expérimentaux) a présenté les résultats obtenus lors du laminage symétrique et du laminage asymétrique indépendamment. Cette partie a pour objectif de confronter les résultats des deux techniques de laminage. Une différence essentielle réside dans le type et l'importance du maclage. Les macles feront donc l'objet d'une attention particulière. De même les observations macroscopiques montrent une différence d'instabilité entre les deux méthodes de laminage. Cette instabilité sera donc elle aussi étudiée.

A. Les macles du laminage

Les macles font partie intégrante du mécanisme de déformation lors du laminage symétrique comme asymétrique des alliages de magnésium. Mais avant d'entrer plus en détail dans l'étude de ces macles, il faut commencer par vérifier que leur présence est cohérente avec les conditions de laminage. L'exploitation du paramètre de Zener-Hollomon permettra de justifier cette présence. Par la suite, l'état de contrainte résultant des efforts associés au laminage et au cisaillement sera analysé en utilisant notamment l'orientation des macles observées en laminage symétrique et asymétrique.

A.1. Les conditions de déformation

Barnett et al. [Barnett 04] ont proposé l'équation IV-1 pour définir si les conditions de déformation de l'AZ31 provoqueront soit du maclage soit l'activité des systèmes de glissement, et ce en fonction de la vitesse et de la température de déformation ramenées au paramètre de Zener-Hollomon, noté Z.

$$d_{HP}* = \left(\frac{0{,}15 \ln Z - 12{,}2}{73 - 3{,}8 \ln Z} \right)^2 \qquad \text{(Equation IV-1)}$$

Afin d'arriver à cette équation, Barnett et al. ont fait des essais de compression sur un alliage d'AZ31 à différentes températures et pour des tailles de grains variant entre 3 et 22 µm. De cette partie expérimentale, ils extraient des paramètres de la loi de Hall-Petch pour noter une rupture de pente entre essais à basse et à plus haute température. Cette évolution est attribuée à l'émergence du maclage. En égalant les relations entre contrainte et taille de grains obtenues dans les deux gammes de température, ils délimitent le domaine d'existence du maclage en fonction du paramètre de Zener-Hollomon, à savoir l'équation IV-2.

Dans cette équation, la valeur d_{HP}* représente donc la taille de grains critique pour laquelle le maclage sera favorisé par rapport aux glissements. Le paramètre de Zener-Hollomon, exprimé en s^{-1}, est donné par l'équation IV-2.

$$Z = \dot{\varepsilon} \exp\left(\frac{Qv}{R\,T}\right) \qquad \text{(Equation IV-2)}$$

Avec $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation, T la température, R la constante des gaz parfaits (R = 8,314 J/(mol.K)) et Q_v l'énergie d'activation (Q_v = 135 kJ/mol [Barnett 01]).

Cette équation a été déterminée à partir des valeurs de la limite d'élasticité. En prenant en compte la signature du maclage sur le taux d'écrouissage, ces auteurs concluent que l'apparition du maclage est correctement restituée par cette équation pour peu qu'un facteur correctif soit appliqué pour déterminer une taille de grains critique effective. Ils obtiennent $d^* = d_{HP}^*/3$ (figure IV-1).

La Figure IV-1 montre la courbe de d^* tracée en fonction de Z. La zone située au dessus de la courbe correspond aux conditions pour lesquelles le maclage se fera préférentiellement. Sous cette courbe, les conditions seront plus propices à l'activation des systèmes de glissement pour l'accommodation de la déformation. Cette zone correspond aux faibles valeurs Z, c'est-à-dire aux températures les plus élevées.

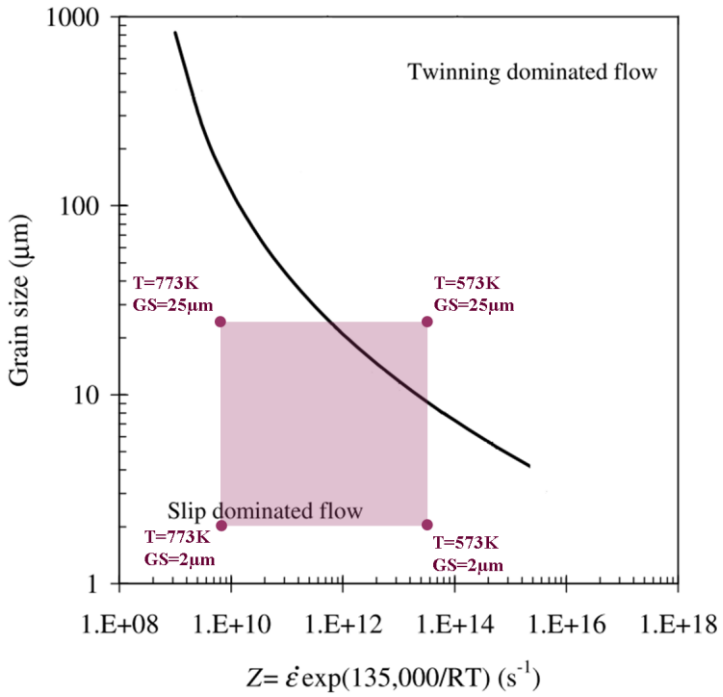


Figure IV-1 : taille de grains critique du maclage en fonction du paramètre de Zener-Hollomon en compression [Barnett 04]

Il a été dit précédemment que dans la présente étude, la température de laminage se situe initialement à 773 K et chute jusqu'à 573 K en fin de laminage à cause de la trempe de la surface de l'échantillon sur les rouleaux (voir le paragraphe 'Essai de laminage en

température' du Chapitre 3). La vitesse de déformation $\dot{\varepsilon}$ s'estime à partir de la géométrie du dispositif, du taux de réduction par passe et de la vitesse des rouleaux. Dans le cas présent elle reste comprise entre 4,7 s^{-1} et 6,0 s^{-1}. Par ailleurs, la taille des grains de la tôle brute est comprise entre 2 µm et 25 µm. Ces données, une fois reportées sur le graphique de la figure IV-1, donnent la plage de possibilités prévisibles pour la microstructure finale des échantillons laminés.

Il apparaît que le maclage est potentiellement activé dans les grains dont la taille est supérieure à 10 µm et ce dès que l'échange thermique entre les rouleaux et la tôle aura refroidi cette dernière.

A.2. Type de maclage

L'objectif ici est de synthétiser les caractéristiques géométriques des macles observées et ce par rapport à l'état de contrainte. Pour ce faire, une représentation spécifique a été développée (figures IV-2 et IV-3). Dans cette représentation, l'orientation de la normale au plan de maclage par rapport à la direction de laminage (RD) est représentée par une marque située dans un disque à la manière d'une orientation dans une projection stéréographique (Figure IV-2). Les normales aux plans de maclage sont repérées par α l'angle entre le plan de maclage et la direction de laminage (RD) et β formé par la normale au plan de macle et sa projection dans le plan (RD, ND) comme montré sur les figures IV-2a, b et c. La position de la marque sera fonction de l'angle α et de la valeur absolue de l'angle β. En effet, pour le laminage et selon le référentiel utilisé dans la figure IV-2, la cission appliquée sur le système de maclage dépend de l'angle α (signe et amplitude), de l'amplitude de l'angle β mais pas du signe de ce dernier. Ceci permet de symboliser les macles en position de symétrie par rapport à ce plan par une même marque (figure IV-2b et IV-2c) et, ce faisant, de réduire de moitié l'étendue de la projection stéréographique nécessaire pour positionner l'ensemble des macles. En conséquence, dans cette représentation, les sections supérieure et inférieure de ces disques ont des significations différentes. Elles sont utilisées pour signifier le sens de maclage. Ainsi l'hémisphère supérieur des disques montre les macles qui sont activées suivant une direction qui provoquera une réduction de l'épaisseur dans la direction normale (ND) ; mais si au contraire, le maclage se traduit par une augmentation de l'épaisseur de la tôle (figure IV-2d), elle sera représentée par une marque placée dans l'hémisphère inférieur du disque. Ainsi, les marques situées dans la partie inférieure de la figure correspondent à des macles contre nature dans la mesure où elles s'opposent à la réduction attendue de l'épaisseur de la tôle lors du laminage.

Le sens de maclage est, quand à lui, déterminé suivant la procédure expliquée dans les paragraphes 'Analyse du système de maclage' des parties 'Laminage symétrique' pour une macle simple et 'Laminage asymétrique' pour une double macle. Les symboles grisés tracés en filigrane rappellent le sens du cisaillement associé à chaque portion de cette figure.

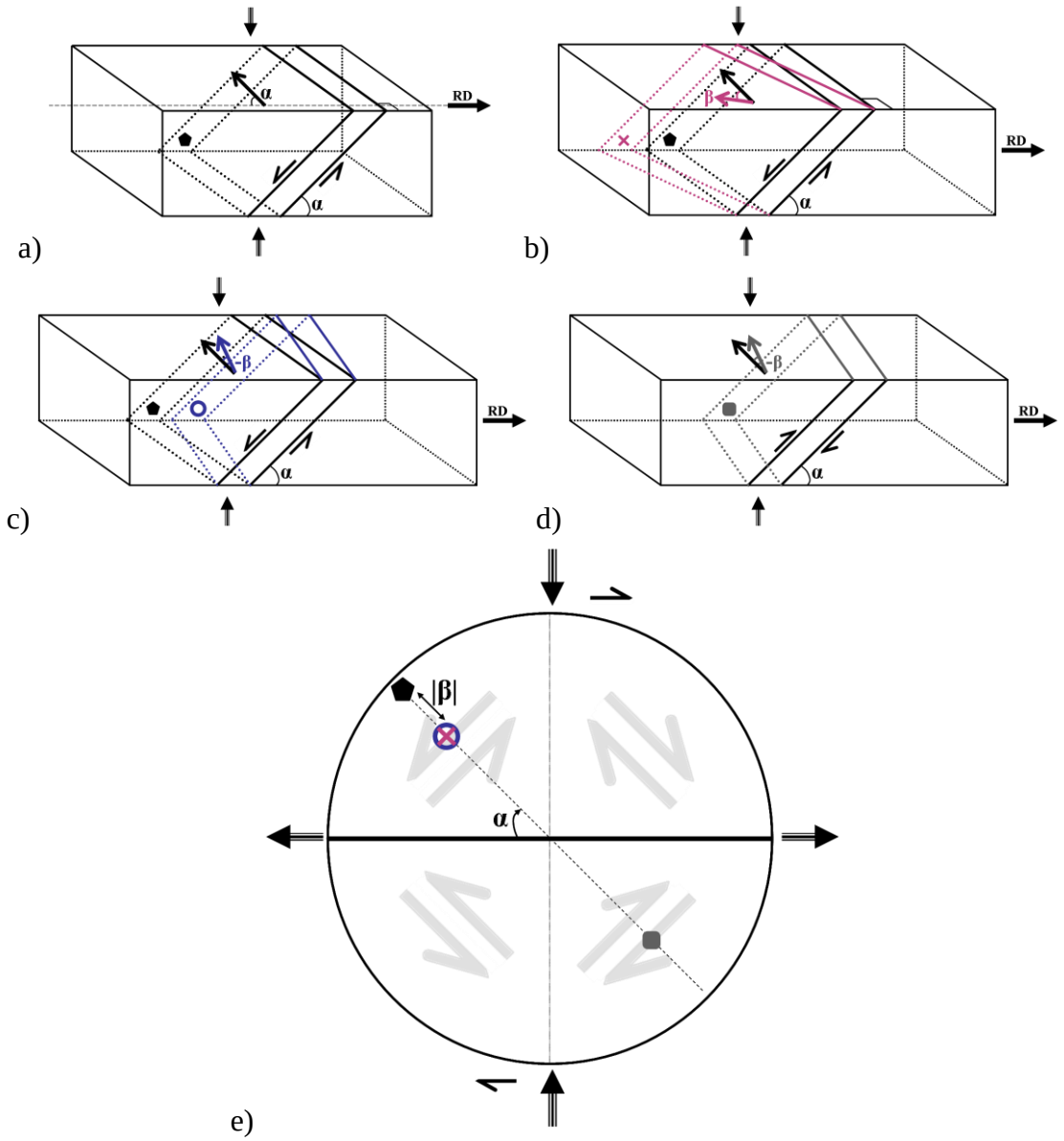


Figure IV-2 : schémas symbolisant a) une macle dont le plan de maclage est perpendiculaire au plan transverse pour un cisaillement réduisant l'épaisseur sous la compression selon ND, b) une macle décalée d'un angle +β de la macle présentée en (a), c) une macle décalée d'un angle -β de la macle présentée en (a), d) la même macle qu'en (c) pour un cisaillement augmentant l'épaisseur et e) représentation regroupant les quatre macles précédentes placées grâce aux angles α et β et réparties selon que leur cisaillement, augmente ou diminue l'épaisseur de la plaque laminée.

Le système de maclage associé à l'observation est symbolisé par la forme des marques : ainsi, lorsque cette dernière est pleine, le maclage est simple, les marques évidées signalent un double maclage. Pour finir, la taille des marques donne des plages de valeur de l'angle β_{DM} associé à la macle. Cet angle est celui formé par la Direction de Maclage (DM)

avec la direction transverse*. Une marque de faible dimension est représentative d'une direction de maclage s'effectuant quasiment dans la direction transverse, ne favorisant pas ainsi un allongement selon RD. Au contraire, une marque de grande taille, correspondant à un angle β_{DM} important, signale une direction de maclage conforme à l'attente, c'est-à-dire produisant un allongement conséquent selon RD.

Pour l'essentiel, on s'attend à une concentration de marques de grande dimension dans la partie supérieure de la figure. On espère observer une différence de positionnement des marques entre les laminages symétrique et asymétrique.

La figure IV-3 regroupe les différentes informations obtenues grâce à l'étude des macles effectuée sur les cartographies de quatre séances MET (voir Annexes A et B). Chacune des ces séances est associée à une des figures, deux en symétrique (figures IV-3a et IV-3b) et deux en asymétrique (figures IV-3c et IV-3d).

* Il convient de le pas confondre β_{DM} (angle entre la direction de maclage et la direction transverse TD) et β (angle entre la normale au plan de macle et sa projection dans le plan (RD, ND))

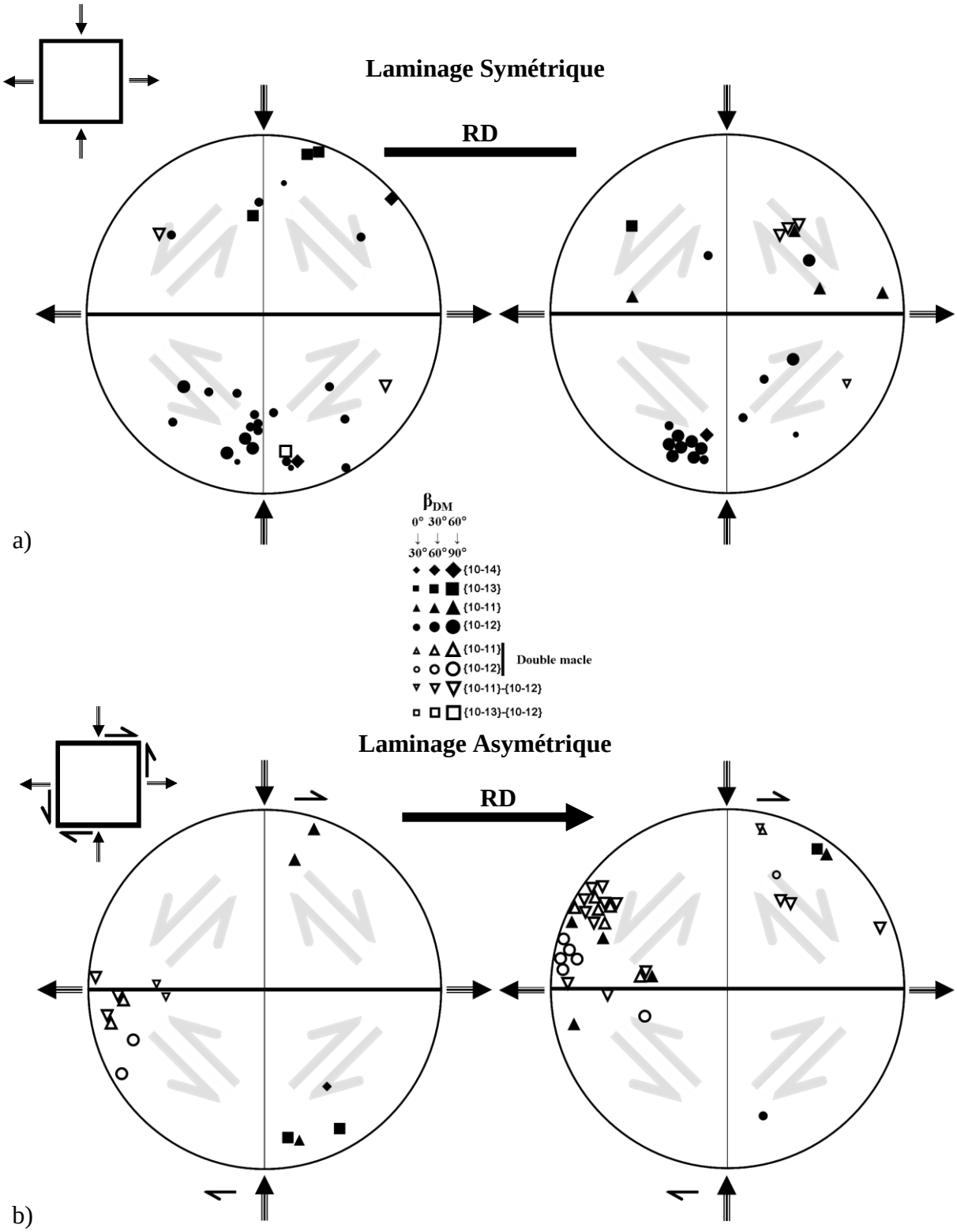


Figure IV-3 : schémas répertoriant les macles selon leur type, leur direction, leur axe de rotation, le cisaillement qui leur est associé et l'angle β_{DM} formé par leur direction de maclage avec la direction transverse. Ces représentations synthétisent les informations obtenue lors de séances MET, deux pour le laminage symétrique (a) et deux pour le laminage asymétrique (b)

En laminage symétrique -- Les deux disques représentant le laminage symétrique (figures IV-3a et IV-3b) mettent en évidence une prédominance du maclage de type $\{10\bar{1}2\}$, ce qui avait déjà été remarqué (dans la partie Laminage Symétrique du Chapitre 3). Ces macles, symbolisées par des cercles noirs, ont fréquemment les normales aux plans de maclage proche de la direction normale (ND). Dans ce cas, leur orientation est telle que leur activation ne produira pas l'élongation attendue suivant RD. Seule la contrainte de compression suivant ND est compatible avec leur présence.

De plus, il s'agit de macles de traction. En conséquence, la déformation associée promeut, pour la plupart d'entre elles, une augmentation de l'épaisseur de la tôle. Leur activation est donc totalement incohérente avec l'état de contrainte de compression appliquée suivant cette direction. Pour l'état de contrainte associé au laminage symétrique, les plans les plus susceptibles de macler sont ceux ayant une normale orientée à 45° par rapport à la direction de laminage comme représenté sur la figure IV-4a. Les points symbolisant les macles devraient donc se situer préférentiellement dans les zones grisées de la figure IV-4b, ce qui n'est clairement pas le cas. Parmi les macles qui se développent à 45° de la direction de laminage, un certain nombre sont orientées selon la direction transverse (angle β_{DM} faible), elles ne provoquent donc que peu d'allongement dans la direction de laminage ; de fait, ces macles produisent essentiellement une dilatation dans la direction transverse.

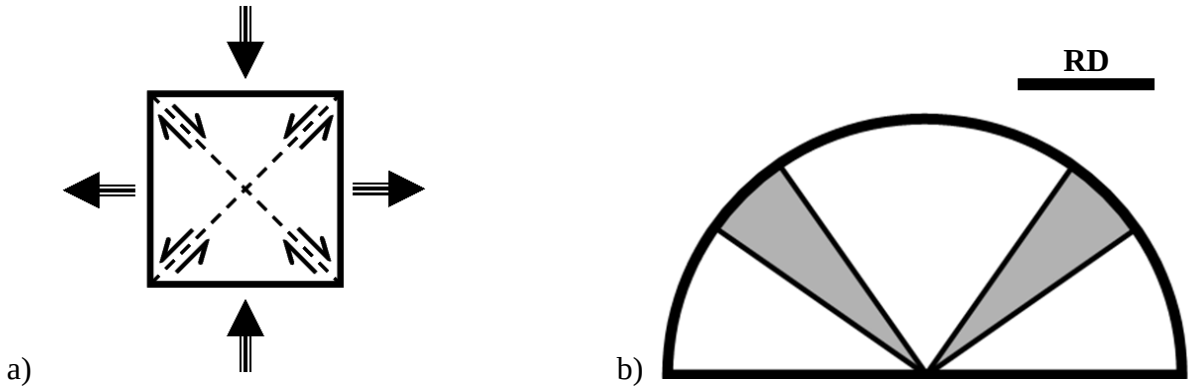


Figure IV-4 : a) schématisation des plans activés en compression et b) position attendue des macles

Sur la figure IV-3a, un certain nombre de macles $\{10\bar{1}1\}$ (9%) est noté. Ces dernières se répartissent de façon plus dispersée que les macles $\{10\bar{1}2\}$ qui sont elles très localisées. L'angle formé par les plans de ces autres macles par rapport à la direction de laminage ne correspond que sporadiquement à l'angle attendu.

Les autres macles observées en laminage symétrique sont du type $\{10\bar{1}4\}$ et $\{10\bar{1}3\}$ et quelques double macles $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ et $\{10\bar{1}3\}$-$\{10\bar{1}2\}$. Elles présentent globalement la même dispersion et le même degré d'incohérence que les macles $\{10\bar{1}2\}$.

Il est délicat d'interpréter ces observations. Pour l'essentiel les macles les plus fréquentes sont du type $\{10\bar{1}2\}$. Ce type de maclage, dit de traction ne peut pas être associé à

une extension dans la direction de laminage. Compte tenu de la texture très marquée de la tôle laminée, peu de grains présentent une orientation favorable à leur émergence. De fait, elles sont fréquemment observées dans des grains ayant l'axe [0002] sensiblement aligné avec ND et, en conséquence ne correspondent ni à l'état de contrainte ni à la déformation de laminage. Cette observation est surprenante, mais pas inédite : Barnett et al. [Barnett 04] avaient observé le même phénomène. Ils proposent d'expliquer la présence de ces macles $\{10\bar{1}2\}$ en laminage par un effet d'hétérogénéité de déformation qui, lors de la décharge, c'est-à-dire à la sortie des rouleaux, provoquerait une extension dans certains grains. Si cette interprétation est séduisante, elle n'en reste pas moins difficilement vérifiable. Notons qu'il est également possible que ce maclage se produise après le laminage durant les différents traitements que subit l'échantillon avant son passage sur le MET. Qu'il s'agisse de relaxation post laminage ou d'artefacts de préparation, on s'attend à observer le même résultat après laminage asymétrique, or nous allons voir qu'il n'en est rien.

En laminage asymétrique _ L'orientation des macles en laminage asymétrique est synthétisée sur les figures IV-3b. Les résultats diffèrent très largement de ceux enregistrés en laminage conventionnel.

Un premier élément remarquable, est la grande proportion de double maclage. Toutes ces doubles macles sont du type $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$. Si le double maclage est complet, il n'existe plus de trace de la macle $\{10\bar{1}1\}$ initiale. Toutefois il est parfois possible d'observer des résidus du premier maclage similaires à ceux présenté sur la figure III-33. Dans ce cas les deux parties du double maclage sont représentées indépendamment, mais leur lien avec une double macle est signalé par la marque évidée. Par exemple, un cercle sera toujours représentatif d'une macle $\{10\bar{1}2\}$. S'il est plein (disque noir) il signale une macle isolée, dans le cas inverse il s'agit d'une macle secondaire. Dans tous les cas, qu'il soit ou non possible de mettre en évidence les deux macles la constituant, la double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ est toujours représentée par un triangle blanc inversé.

Lors d'une mise en forme par cisaillement simple, les plans de maclage susceptibles d'être activés sont ceux qui sont soit parallèles soit perpendiculaires à la direction de cisaillement (figure IV-5a). Les macles associées au cisaillement devraient donc être concentrées dans les zones grisées de la figure IV-5b.

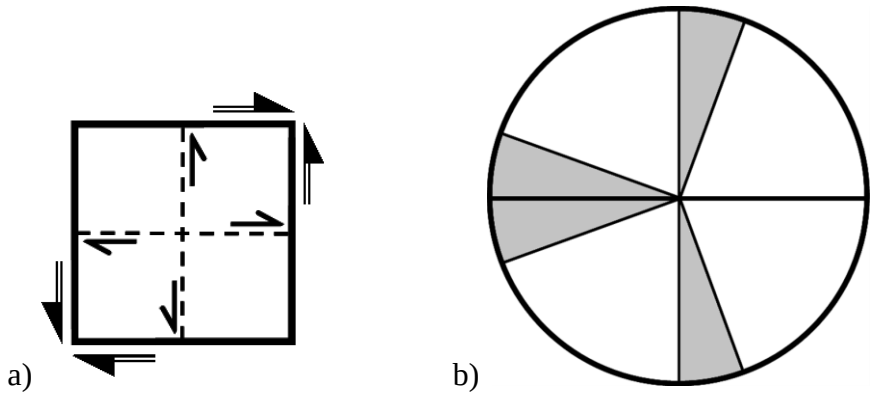


Figure IV-5 : a) schématisation du cisaillement en cisaillement simple, b) position attendue des macles pour un tel cisaillement.

Dans le cas de laminage asymétrique, le matériau subira à la fois une compression et un cisaillement. La contrainte appliquée sur les plans de macle sera donc une combinaison entre compression et cisaillement (figure IV-6a). Ainsi les macles apparaissant durant un laminage asymétrique devraient se situer dans les parties grisées de la figure IV-6b. L'angle θ de décalage par rapport au laminage symétrique dépendra du cisaillement appliqué, plus le cisaillement sera important, plus θ sera grand.

Le rapport du cisaillement par rapport à la compression peut être mis en évident grâce au cercle de Mohr (figure IV-6c). En laminage conventionnel, θ est nul alors que si le cisaillement est appliqué seul, θ sera égal à 45°. En conséquence, l'angle θ sera compris entre 0° et 45° pour le laminage asymétrique.

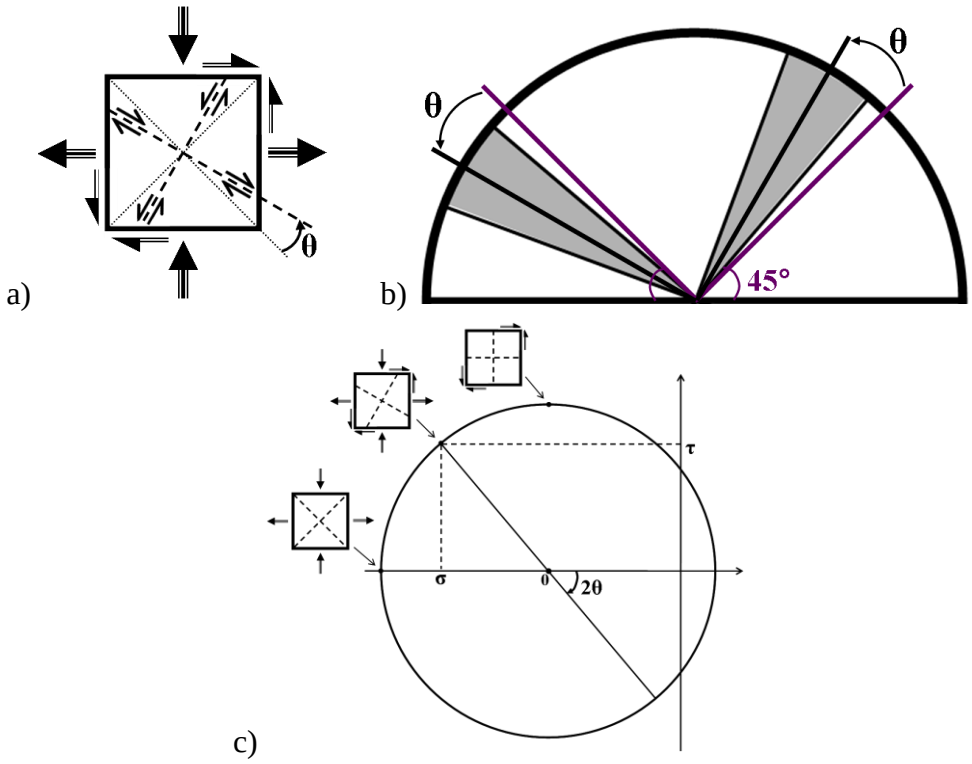


Figure IV-6 : a) schématisation du cisaillement combiné à la compression en laminage asymétrique, b) position attendue des macles durant le laminage asymétrique, c) exemple de cercle de Mohr pouvant être obtenu en laminage asymétrique.

En rassemblant les résultats relatifs au laminage asymétrique (figure IV-3b), des zones de concentration de macles sont clairement identifiables. Les angles formés par les macles se répartissent sur plusieurs secteurs comme le montre la figure IV-7. L'ensemble de ces secteurs dessine une figure qui présente une grande similitude avec celle associée au cisaillement simple de la figure IV-5b. L'angle θ est important, ce qui revient à dire que l'effort associé au cisaillement est prédominant quant à la formation des macles.

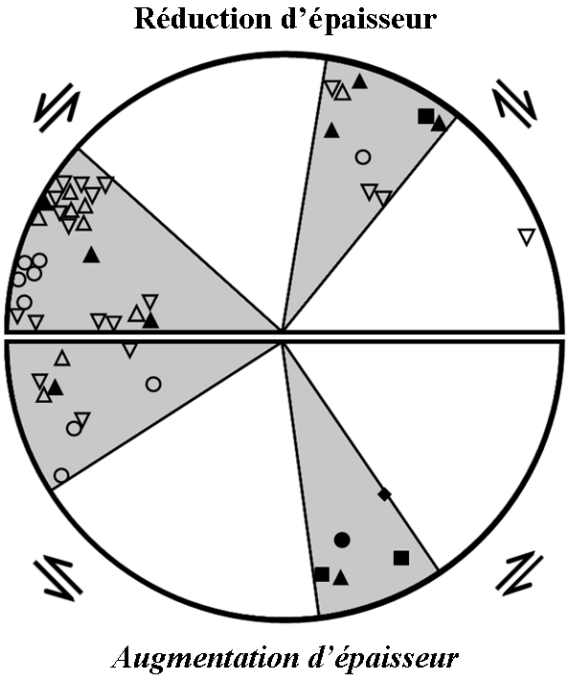


Figure IV-7 : positions de macles réellement obtenues durant le laminage asymétrique.

La répartition des macles en laminage asymétrique, telle qu'elle est montrée sur la figure IV-7 ne correspond pas aux attentes théoriques. En effet, il était espéré que les macles soient concentrées dans des zones qui seraient une combinaison des localisations attendues en laminage symétrique (figure IV-4b) et en laminage asymétrique (figure IV-5b), avec un rapport $R = \tau/\sigma$ compris entre 0 et 1. Or le résultat de la figure IV-7 semble correspondre presque parfaitement à la signature attendue pour une contrainte en cisaillement seule (figure IV-5b). Cette constatation, tend à montrer que le maclage observé s'active quasiment sous la seule et unique contrainte de cisaillement, et ce malgré l'effort de compression associé au laminage. Ceci suppose que la cission appliquée au matériau est conséquente, voire plus importante que la contrainte de compression. En d'autres termes, le rapport R présenté ci-dessus est largement supérieur à 1 lorsque les grains se maclent. Une telle situation n'est pas attendue en cours de laminage sauf à la sortie des rouleaux lorsque l'incrément du taux de réduction est le plus faible.

Cette dernière constatation est à rapprocher des observations faites en laminage symétrique. Il avait été noté que le système de maclage activé en laminage conventionnel était incohérent avec l'état de contrainte. Une première interprétation consistait à invoquer des artefacts de préparations de lames minces. Or, le dernier résultat invalide cette hypothèse. En effet, elle suppose que le même phénomène devrait être perçu en laminage asymétrique, ce qui n'est pas le cas. La seconde proposition invoque la décharge à la sortie des rouleaux pour expliquer la présence des macles $\{10\bar{1}2\}$. Il existe une similitude entre cette proposition de Barnett et le cas présent : dans les deux cas, les macles se formeraient à la fin du processus de laminage, lorsque l'épaisseur finale est presque atteinte. De fait, le travail effectué avec le paramètre de Zener-Hollomon dans le paragraphe précédent ('Les conditions de déformation'), concluait sur la possibilité d'obtenir des macles durant le laminage quand la température était la plus faible. C'est justement le cas en fin de laminage. Le maclage se ferait ainsi alors que l'épaisseur finale est quasiment atteinte, ce qui veut dire que le maclage ne découlerait pas de l'effort de compression. S'il est difficile de conclure que le maclage résulte d'une relaxation de contrainte en fin de laminage conventionnel, il est par contre relativement raisonnable de supposer que les conditions de température et de contrainte en sortie de rouleaux soient en mesure de promouvoir le maclage observé en laminage asymétrique.

Malheureusement, la conséquence immédiate de cette interprétation est que ni l'existence ni le type de macle observé ne sont représentatifs de l'ensemble de la sollicitation subie par le matériau lors du laminage qu'il soit symétrique ou asymétrique. Ceci signifie que, contrairement à l'hypothèse de travail, il est peu probable que l'on puisse expliquer la perte de ductilité observée lors du laminage asymétrique en se basant sur la présence et les caractéristiques de macles observées après laminage.

De plus la contribution des macles à la déformation du matériau est très faible, en effet le volume maclé ne représente que 5 à 25 % du volume total des échantillons après laminage. Et étant donné que le maclage ne peut apporter qu'une déformation de 13 % au volume maclé, la contribution du maclage à la déformation totale n'est que de 5 % en moyenne. L'impact du maclage, intervenant en fin de laminage, sur l'épaisseur de l'échantillon est négligeable sur la déformation.

B. Instabilité du laminage

L'AZ31 réagit différemment au laminage symétrique et au laminage asymétrique. Cette différence est perceptible à l'œil nu en comparant l'aspect global des échantillons. La figure IV-8 donne un aperçu de deux échantillons laminés respectivement de manière symétrique et asymétrique : mise à part la vitesse des rouleaux, ils ont été laminés dans les mêmes conditions en 5 passes. Sur la tôle laminée en asymétrique de nombreuses fissures

sont visibles sur les côtés alors que sur l'échantillon déformé de manière standard, les bords comme la surface sont lisses et exempts de fissures.

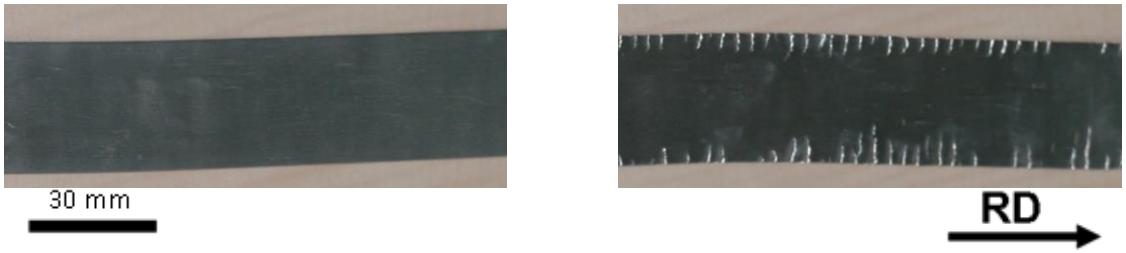


Figure IV-8 : échantillons laminés de manière symétrique (gauche) et asymétrique (droite)

Il est important de signaler qu'une autre différence remarquable entre ces deux échantillons est leurs dimensions finales. En effet, alors que ces deux échantillons avaient des dimensions initiales identiques et qu'ils ont été laminés avec exactement les mêmes positionnements de rouleaux du laminoir et les mêmes températures, l'échantillon laminé de manière asymétrique atteint 50 % de déformation cumulée après 5 passes, alors que l'échantillon laminé de manière symétrique n'atteint que 43 % de déformation finale. De fait, jusqu'à la 3ème passe, les deux échantillons se déformaient de manière comparable, et c'est à partir de la 4ème passe que l'échantillon laminé de manière asymétrique s'est déformé davantage (43 % contre 37 % en symétrique pour la 4ème passe).

La différence des réductions finales de l'épaisseur se retrouve dans une différence d'allongement des deux échantillons (figure IV-9), l'échantillon laminé de manière asymétrique étant plus long que celui laminé de manière symétrique.

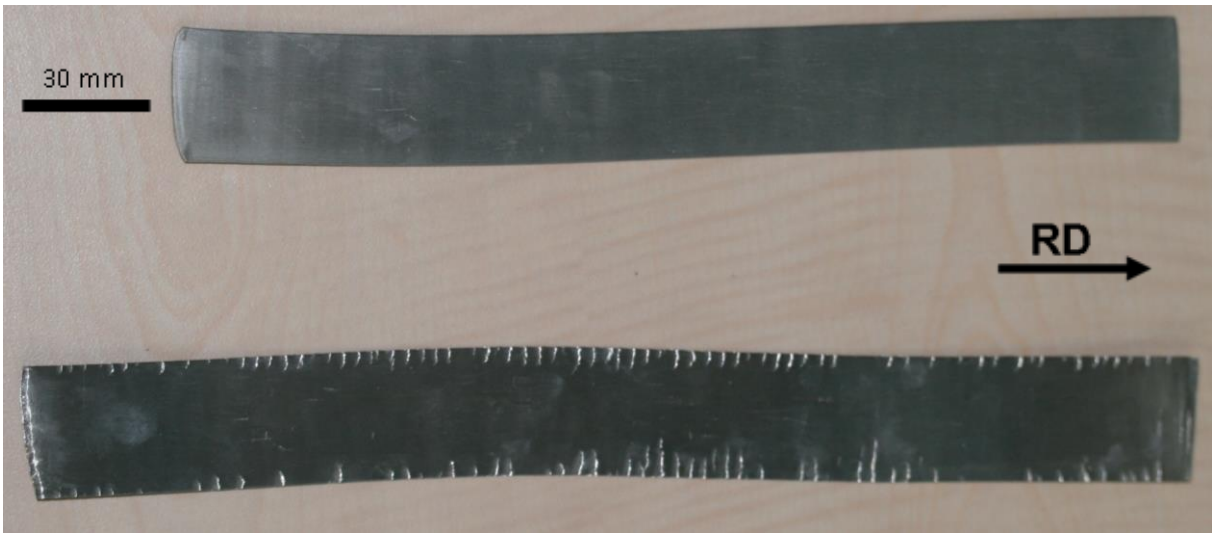


Figure IV-9 : échantillons laminés de manière symétrique (haut) et asymétrique (bas) en 5 passes

L'émergence de bandes de cisaillement est un phénomène exacerbé par le laminage asymétrique. Elles apparaissent lorsqu'une tôle est laminée à température ambiante et sur tous les échantillons laminés de manière asymétrique à chaud.

De par leur espacement et leur orientation, les bandes de cisaillement fragmentent la tôle en 'allumettes'. En effet, ces bandes sont à l'origine de la propagation de fissures parallèles entre elles et traversant toutes l'épaisseur de l'échantillon et elles apparaissent à espacement régulier. L'orientation de ces fissures est d'environ 35° par rapport à la surface, mais selon la direction inverse à celle relative au cisaillement comme il est possible de voir sur la figure IV-10a. Toutes ces caractéristiques sont similaires à celles rapportées par Huang et al. [Huang 08-a] (figure IV-10b).

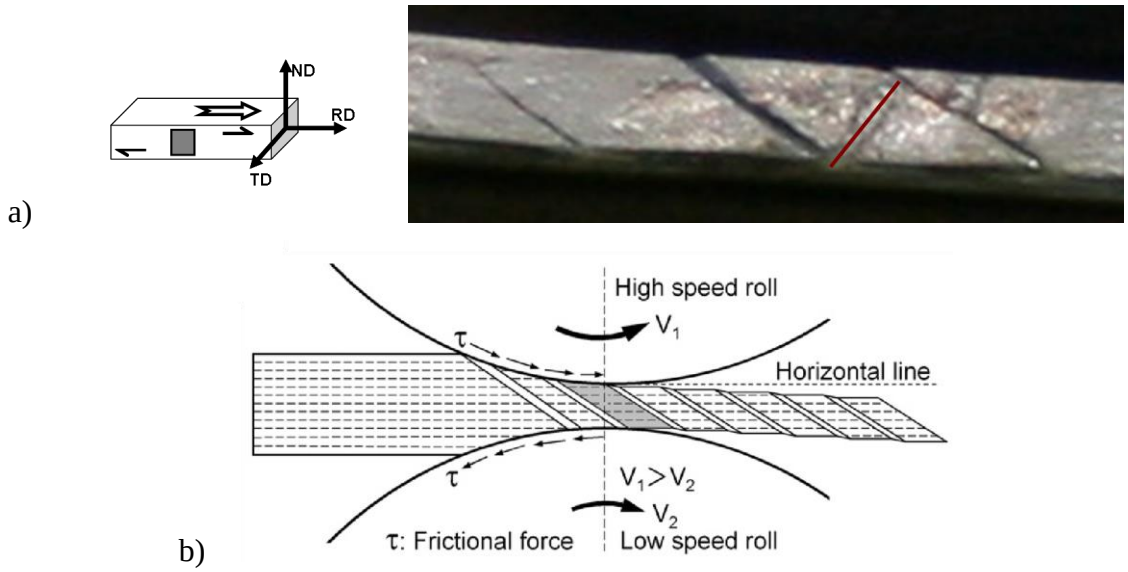


Figure IV-10 : a) détail de la rive d'un échantillon laminé de manière asymétrique, montrant la marque de suivi du cisaillement (en rouge) et des fissures. b) schéma de formation des bandes de cisaillement durant le laminage asymétrique, les tirets horizontaux représentent des plans basaux. [Huang 08-a]

D'après ces auteurs, ces bandes de cisaillement, en plus d'être responsables des fissures sur la rive des échantillons et de la fragmentation qui en découle, seraient également à l'origine des composantes de texture observées en laminage asymétrique, comme expliqué précédemment (paragraphe sur les Textures cristallographique en Laminage asymétrique dans le Chapitre 3).

La fragmentation observée en laminage asymétrique découle de fissures qui elles même proviennent de bandes de cisaillement parallèles dont l'orientation est influencée par le cisaillement appliqué. Il faut maintenant déterminer si ce processus est continu ou s'il y a rupture fragile.

La figure IV-11 montre la formation et l'évolution d'une même fissure observée après deux passes successives. Sur la figure IV-11a, deux lignes figurant les bandes de cisaillement sont discernables et signalées par des flèches. Elles coupent la marque permettant le suivi du cisaillement. Après un passage supplémentaire dans le laminoir, le résultat de la figure IV-

10b est obtenu. Sur cette image, le matériau a cédé et s'est cassé donnant une profonde fissure dans l'échantillon et sectionnant la marque de suivi du cisaillement. Ces deux images mettent en évidence le processus de ruine du matériau. La bande de cisaillement provoque la fissuration après un certain taux de déformation, puis durant le reste du laminage, le matériau continue à se déformer sous l'action du laminage asymétrique ; les fissures observées ne résultent donc pas d'une rupture brutale du type fragile.

Par ailleurs, sur la figure IV-11a, le trait de suivi est coupé par la bande de cisaillement un peu au dessus de son milieu. Sur la figure IV-11b, la partie supérieure de la marque de suivi est presque inchangée, par contre, le reste de la marque traverse presque l'échantillon dans son épaisseur. L'ensemble de ces observations montrent que le processus de déformation est continu. Car même après fissuration, la déformation se poursuit progressivement à la fois dans les bandes de cisaillement (l'angle est modifié et la fissure s'élargit) et dans le volume inter-bande (l'épaisseur continue de se réduire et le cisaillement augmente).

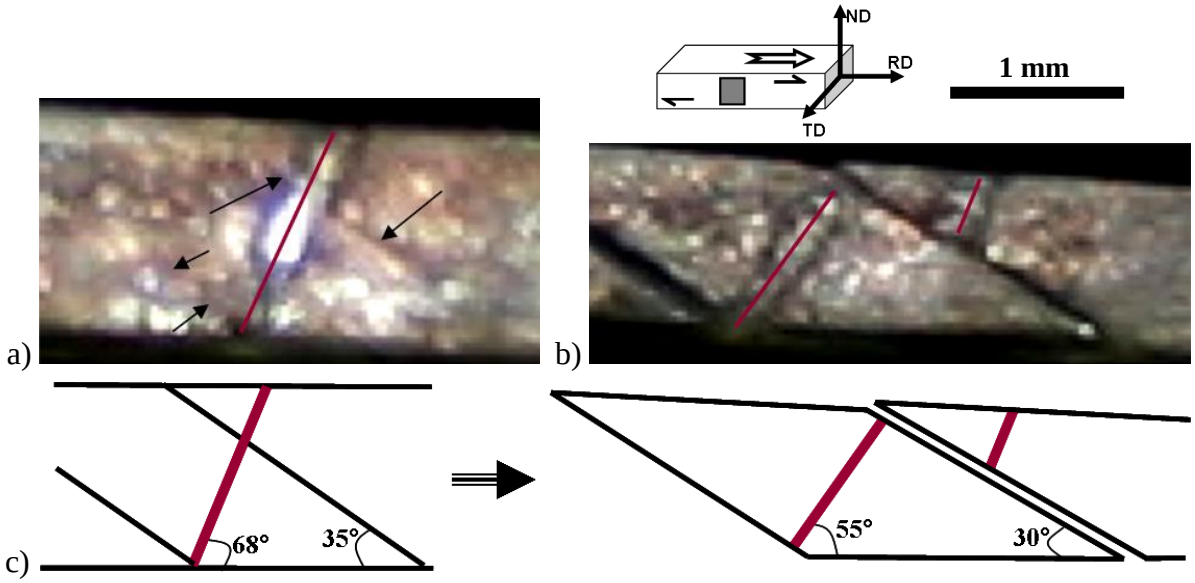


Figure IV-11 : suivi de la formation d'une fissure traversant une marque de suivi de cisaillement, de la 3ème passe (a) à la 4ème passe (b) lors d'un laminage asymétrique et schéma correspondant (c)

Par ailleurs, les différences observées à l'échelle macroscopique entre laminages symétrique et asymétrique n'affectent que partiellement la microstructure des échantillons. Concernant les tailles de grains, les microstructures données dans le chapitre 3 ne présentent pas de différence notable. Ces tailles sont similaires dans les deux cas à celle du matériau brut de réception. De même, la présence de nombreuses macles concerne l'ensemble des échantillons, qu'ils soient laminés de manière asymétrique ou en laminage conventionnel. Ces macles sont réparties de façon homogène dans le matériau et elles touchent presque la totalité de la population de grains.

Pour finir, force est de constater que les différences observées entre les laminages symétrique et asymétrique ne se retrouvent pas dans les propriétés mécaniques. En se référant aux essais de cisaillement réalisés, il est ainsi impossible de conclure si dans les conditions utilisées, l'ajout de la composante de cisaillement dans le processus de laminage a un impact significatif sur les propriétés mécaniques.

C. L'instabilité plastique

C.1. Type d'instabilité

Le grand problème des essais de laminage mis en évidence par les observations macroscopiques, est la fragmentation des tôles. Celle-ci résulte d'un comportement plastique instable de l'AZ31, qui tend à fragiliser le matériau.

Cette section propose un rappel des mécanismes généralement invoqués pour interpréter la localisation de la déformation et tenter de comprendre en quoi l'asymétrie du laminage peut promouvoir ce type de dommage. On utilisera pour ce faire une approche particulière développée initialement par Kocks et al. [Kocks 79], sachant que les mêmes ingrédients se retrouvent sous une forme ou une autre dans la majorité des travaux théoriques.

Dans cette approche, la stabilité plastique d'un matériau peut être caractérisée par l'expression de la dérivée d'un gradient de déformation λ : une dérivée positive ($\lambda' > 0$) signifie que toute fluctuation du taux de déformation va croître et conduire à une localisation marquée de la déformation. L'approche théorique consiste à relier λ' aux paramètres du métal au travers de l'expression qui suit [Rauch 85] :

$$\lambda' = -\lambda \left(\frac{h + \tau \dfrac{d \ln M}{d\gamma} - \dfrac{\beta |\Phi| \tau}{\rho c}}{S} \right) \qquad \text{(Equation IV-3)}$$

où $\lambda' = \dfrac{d\lambda}{d\gamma}$, avec $\lambda = \dfrac{d\gamma}{dx}$ le gradient de déformation qui mesure l'hétérogénéité de cette déformation dans le matériau en cisaillement simple. Le signe du terme entre parenthèse est essentiel : il permet de prédire si le défaut λ va croître ou se résorber.

L'instabilité peut avoir quatre origines différentes, à savoir, un effet de température, une hétérogénéité structurale, un adoucissement textural ou un effet de vitesse de déformation. Chacun des termes contenus dans la parenthèse de l'équation IV-3 correspond à une de ces causes d'instabilité:

* h est la sensibilité de la contrainte à la déformation $h = \left.\frac{\partial \tau}{\partial \gamma}\right|_{\dot{\gamma},T,M}$, elle est liée à un effet structural et traduit le caractère stabilisant de l'écrouissage. Dans le cas où h est négatif, il y a adoucissement structural : instabilité du type h.

* $\tau \frac{d \ln M}{d\gamma}$ traduit l'effet de la texture. Ici M représente le facteur de Taylor et τ la cission. Un facteur de Taylor décroissant provoque une instabilité de type M.

* $\frac{\beta |\Phi| \tau}{\rho c}$ est représentatif de l'effet de température. β est une fraction de l'énergie plastique dissipée dans le matériau, Φ est la sensibilité de la contrainte par rapport à la température, quant à ρ et c, ce sont respectivement la densité et la capacité calorifique du métal. Ce terme devient important dans le cas d'une déformation à grande vitesse, donnant lieu à un échauffement adiabatique. Il s'agit alors d'une instabilité du type T.

* S correspond à la sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation. Cette sensibilité est fréquemment donnée par le terme $m = \left(\frac{\partial \ln(\sigma)}{\partial \ln(\dot{\varepsilon})}\right)_{T,\varepsilon}$. S est lié à m par l'expression $S = m\tau$. Les instabilités de type S interviennent lorsque la valeur de m est négative.

Ce formalisme a été proposé dans le cadre d'étude utilisant l'essai de torsion qui produit une déformation en cisaillement et s'applique donc aisément au cas du laminage asymétrique.

Dans le cas présent l'instabilité la plus probable, pouvant être à l'origine des bandes de cisaillement, est l'adoucissement textural. Toutefois, il convient de discuter chacune de ces causes.

C.1.1. Les instabilités non retenues

* <u>l'effet de température</u> (instabilité de type T)

Une instabilité de ce type suppose un échauffement localisé dans les bandes de cisaillement qui, à défaut d'une conduction thermique suffisamment rapide donnerait rapidement lieu à un adoucissement de la contrainte par rapport au reste du matériau. Dans le cas présent, cette possibilité est peu probable compte tenu de la faible épaisseur de l'échantillon et de l'effet de trempe attendu sur les rouleaux froids. L'échauffement produit par les frottements pourrait être envisagé, mais cette éventualité s'accorde mal avec la morphologie et l'orientation des bandes de cisaillement. En effet les seuls frottements possibles et observés lors du laminage asymétrique se situent sur la surface de l'échantillon au passage des rouleaux.

* <u>l'hétérogénéité structurale</u> (instabilité de type h)

Cette instabilité fait appel à une évolution structurale. On peut envisager des mécanismes tels que la précipitation ou la recristallisation. De tels mécanismes, s'ils se produisent sont attendus aussi bien en laminage symétrique qu'en laminage asymétrique dans la mesure où le chemin thermique et les taux de déformation sont similaires. Une instabilité de ce type devrait donc être observée dans tous les cas. Cette cause d'instabilité n'est donc pas considérée comme crédible.

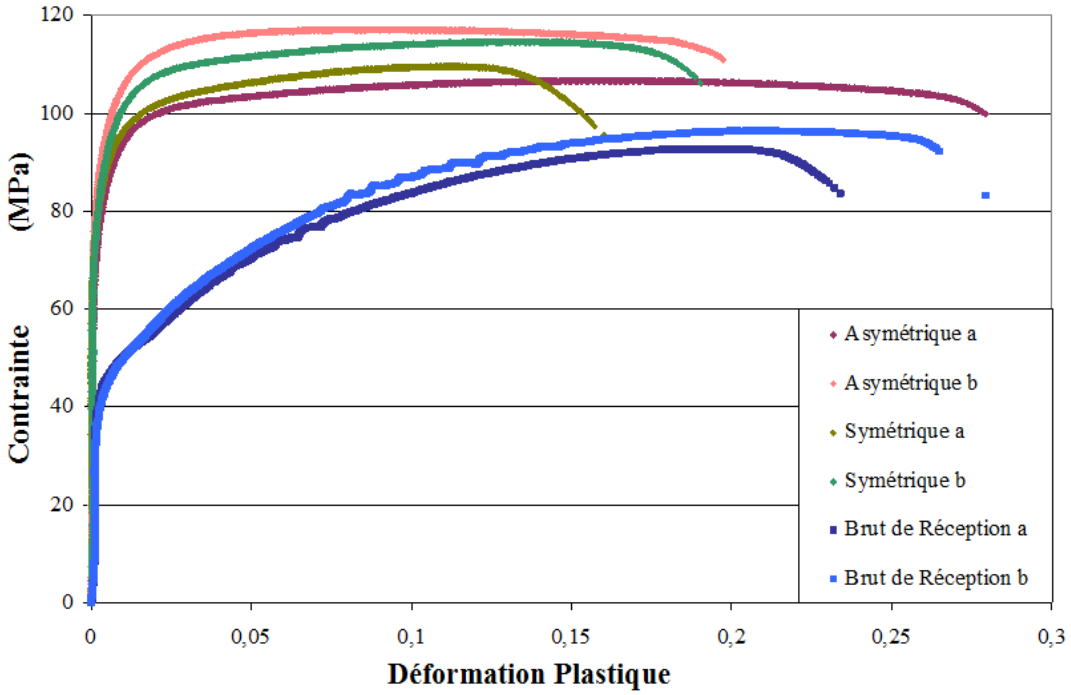


Figure IV-12 : courbe contrainte – déformation plastique des essais de cisaillement réalisés sur des tôles laminées de manière symétrique, asymétrique et sur la tôle brute de réception.

De plus, les essais mécaniques réalisés montrent (figure IV-12) que le laminage, qu'il soit symétrique ou asymétrique, augmente la limite élastique de manière similaire (environ 60 MPa). Les contraintes maximales sont elles aussi améliorée par le laminage. La déformation à la rupture reste faible dans les deux cas, de l'ordre de 0,2 voire moins pour certains échantillons qui se sont rompus du fait de l'endommagement par fissuration. Les réponses des échantillons laminés de manière symétrique et asymétrique sont similaires. Les limites élastiques sont du même ordre de grandeur (100 MPa) et les contraintes maximales tendent toutes vers 115 MPa.

En définitive, d'après ces résultats, l'ajout de la composante de cisaillement dans le processus de laminage n'a pas d'impact significatif sur les propriétés mécaniques. Ce qui va à l'encontre d'une instabilité structurale pour les seuls échantillons laminés de manière asymétrique.

* l'effet de la vitesse de déformation (instabilité de type S)

Une sensibilité de la contrainte à la vitesse de déformation négative ne s'observe que pour des mécanismes physiques très spécifiques et connus tels que la compétition entre vitesse de diffusion des solutés et vitesse de déplacement des dislocations à l'origine de l'effet Portevin-Le Chatelier. Pour l'AZ31 déformé à chaud cette sensibilité est largement positive [Mussi 03] et devrait au contraire stabiliser la déformation plastique.

C.1.2. L'adoucissement textural (instabilité de type M)

Cette dernière possibilité semble la plus plausible. En effet, l'étude des textures montre une texture spécifique au laminage asymétrique qui diffère de celle obtenue en laminage symétrique. Quand cette dernière reste principalement monomodale avec l'orientation {0002} alignée selon la direction normale (ND) (figure IV-13a), la texture en laminage asymétrique se caractérise par la présence de deux composantes. Toutes deux décalées, mais en sens opposé, par rapport à la direction normale (ND) (figure IV-13b). Cette observation est susceptible d'être à l'origine de la différence de stabilité entre les deux techniques.

Il ne suffit toutefois pas d'avoir une signature spécifique en termes d'évolution texturale pour conclure quant à la cause de l'instabilité. En effet, il faut que l'émergence de composantes particulières donne lieu à un adoucissement de la contrainte. Cette possibilité va maintenant être étudiée plus attentivement, en analysant l'évolution du facteur de Taylor (M).

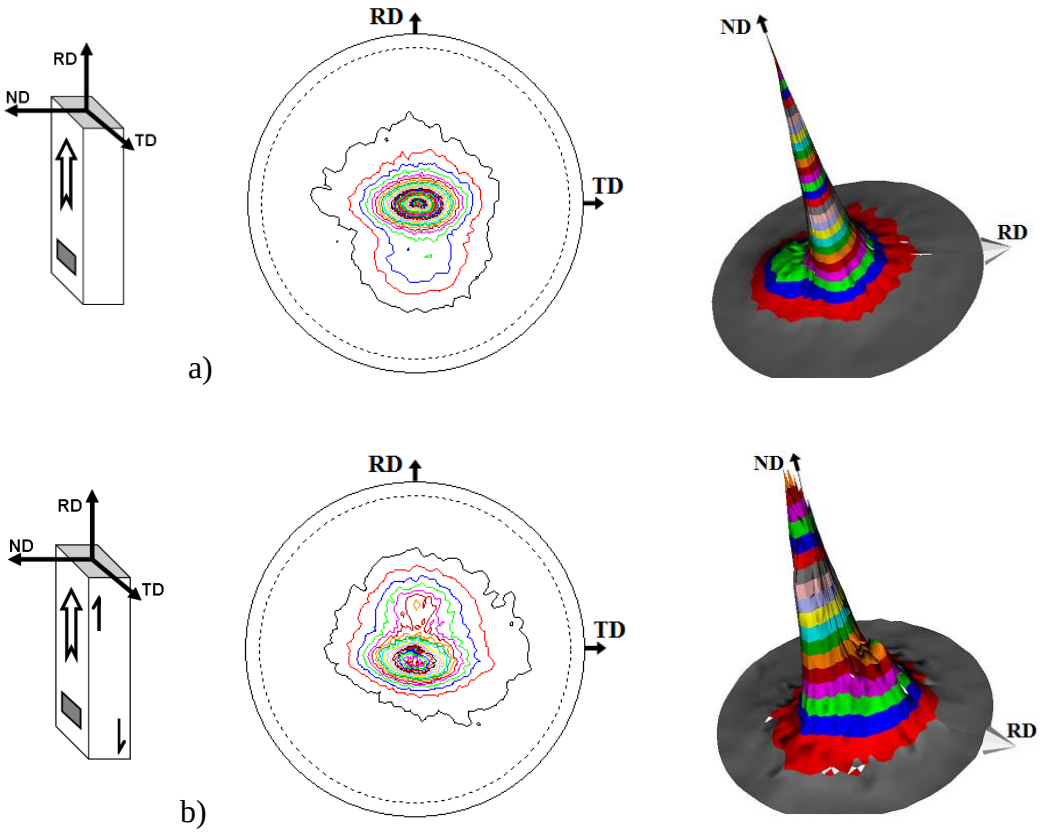


Figure IV-13: a) symétrique (intensité max = 16) b) asymétrique (intensité max = 10)

C.2. Les glissements : cause d'instabilité

Il convient de vérifier qu'une instabilité texturale est effectivement impliquée dans le cas présent. Cette vérification passe par une analyse théorique de l'activité des systèmes de glissement dans le cas du laminage asymétrique de manière à déterminer l'évolution des facteurs de Schmid ou du facteur de Taylor et par là même, le degré de stabilité du matériau.

Le mécanisme invoqué est simple : l'activité d'un système de glissement provoque non seulement une déformation mais également une rotation du grain. Cette rotation se traduira par un adoucissement si le facteur de Schmid augmente et un durcissement en cas inverse. Pour un polycristal, c'est le facteur de Taylor qui est considéré et qui s'avère être la moyenne de l'inverse des facteurs de Schmid pondérés par le taux de glissement sur chaque système.

Dans le travail proposé ci-dessous, on détermine l'évolution du facteur de Schmid dans le cas simple d'un grain ayant son axe c parallèle à la direction normale, il devrait se déformer sensiblement de la même manière que l'ensemble des grains contenus dans la composante principale de la texture cristallographique d'alliage AZ31.

Le plan de glissement basal a la cission critique la plus faible, suivi des plans pyramidaux. Ceux-ci sont donc les plus enclins à s'activer. On considère habituellement que, les plan de glissement pyramidaux π1 $\{10\bar{1}1\}<2\bar{1}\bar{1}3>$ (figure IV-14a) et π2 $\{11\bar{2}2\}<\bar{1}\bar{1}23>$ (figure IV-14b) ont la même cission critique [Beausir 09]. De plus, ils présentent quasiment la même inclinaison par rapport au plan basal, à savoir respectivement 62° et 58° (figure IV-14). En conséquence, leur facteurs de Schmid ainsi que leur activation seront similaires pour peu que l'on tourne le cristal de 30° autour de l'axe $\vec{c}$. Dans ce qui suit, seule sera considérée une situation générique faisant appel au système basal et à une paire de systèmes pyramidaux de même espèce en position de symétrie par rapport au plan de base, en l'occurrence les systèmes π2 (figure IV-14b). Du fait de la similitude entre les systèmes π1 et π2, les mêmes conclusions seront valables pour un laminage avec ND parallèle à l'axe $\vec{c}$ et RD aligné avec l'axe $\vec{a}_1$ (activation préférentielle des systèmes π2) ou l'axe $\vec{a}_1 + \vec{a}_2$ (activation préférentielles des systèmes π1)

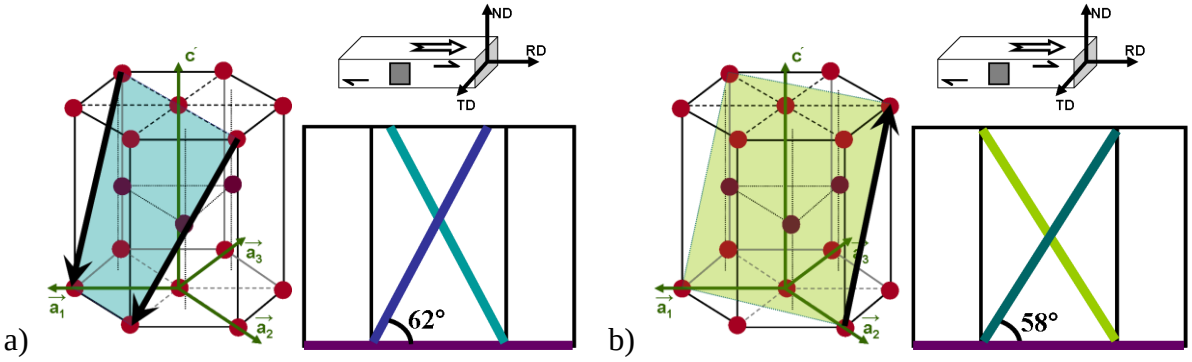


Figure IV-14 : plans de glissement (a) pyramidal π1 $\{10\bar{1}1\}<2\bar{1}\bar{1}3>$ et (b) pyramidal π2 $\{11\bar{2}2\}<\bar{1}\bar{1}23>$ avec leur vecteur de Burgers et vus selon la direction $<1\bar{1}00>$ avec le plan basal en violet et les deux plans pyramidaux symétriques en bleu clair et bleu foncé pour le pyramidal π1 (transposés selon la même vue que pour le plan pyramidal π2) et en vert clair et vert foncé pour le pyramidal π2.

Par la suite les deux plans pyramidaux π2 représentés sur la figure IV-14, seront appelés plan 'pyramidal avant' (en vert foncé) et plan 'pyramidal arrière' (en vert clair).

On va considérer dans la suite que les systèmes prismatiques ne sont jamais activés en laminage. Cette hypothèse se justifie aisément du fait de l'orientation du grain représentatif qui ne favorise l'activation d'aucun de ces systèmes, que ce soit en laminage symétrique ou asymétrique. Par ailleurs certains auteurs donnent une cission critique pour les systèmes prismatiques plus élevée que pour les systèmes pyramidaux [Beausir 09, Agnew 05]. Ceci signifie que la déformation plastique des grains contenus dans la composante principale de texture doit majoritairement faire appel à une activité combinée du système basal et au moins un système pyramidal. La question est de savoir si cette situation est stable ou non d'un point de vue textural. Pour répondre à cette question, le taux de glissement sur les systèmes actifs et la rotation cristallographique qui en résulte doivent être estimé.

Les déformations associées à chacun des systèmes de glissement actifs sont fonctions de l'orientation, avec la normale au plan, notée $\vec{N} = \begin{vmatrix} n_x \\ n_y \\ n_z \end{vmatrix}$ et la direction du vecteur de Burgers, noté $\vec{G} = \begin{vmatrix} g_x \\ g_y \\ g_z \end{vmatrix}$. Elles se déduisent de l'expression générale suivante :

$$\varepsilon_{ij} = \sum_s \frac{1}{2}\left(n_i^s g_j^s + n_j^s g_i^s\right)\gamma^s \qquad \text{(Equation IV-4)}$$

En laminage symétrique, les déformations possibles associées à un glissement sont ε_{xx} et ε_{yy}, avec $\varepsilon_{xx} = -\varepsilon_{yy}$ qui sera simplement noté ε. En laminage asymétrique, un taux de cisaillement γ devra être considéré en plus de ε.

Lorsque seuls deux systèmes de glissement (1 et 2) sont activés, cette dernière expression se réduit à :

$$\begin{cases} 2\varepsilon = \gamma_1 F_{\sigma 1} + \gamma_2 F_{\sigma 2} \\ \gamma = \gamma_1 F_{\tau 1} + \gamma_2 F_{\tau 2} \end{cases} \qquad \text{(Equation IV-5)}$$

Où ε et γ sont les déformations du système imposées soit en laminage symétrique ou laminage asymétrique. γ_s représente le taux de glissement sur le système s. Les facteurs géométriques correspondent à $F_{\sigma s} = n_i^s g_i^s - n_j^s g_j^s$ et $F_{\tau s} = n_i^s g_j^s + n_j^s g_i^s$.

L'activité pour chacun des systèmes s'en déduit aisément :

$$\begin{cases} \gamma_1 = \dfrac{\gamma F_{\sigma 2} - 2\varepsilon F_{\tau 2}}{F_{\tau 1} F_{\sigma 2} - F_{\sigma 1} F_{\tau 2}} \\ \gamma_2 = \dfrac{2\varepsilon}{F_{\sigma 2}} - \gamma_1 \dfrac{F_{\sigma 1}}{F_{\sigma 2}} \end{cases} \qquad \text{(Equation IV-6)}$$

Il est intéressant de suivre l'évolution de ces glissements en fonction de l'orientation du grain représentatif en permettant à ce dernier de pivoter autour de l'axe transverse. Cette rotation sera effectivement provoquée par l'activité sur les systèmes considérés. C'est ce qui est présenté sur les figures IV-15a où l'on considère en cisaillement simple, l'activité du plan basal combiné au plan pyramidal avant. Cette rotation sera effectivement provoquée par l'activité sur les systèmes considérés.

La rotation du système cristallin est également tracée sur ces figures (ligne pointillés noire). Cette dernière se déduit, dans le cas général, du gradient de la transformation et de l'activité des systèmes en calculant l'évolution des rotations du réseau cristallin $\overline{\overline{\Omega}}$ [Beausir 07]:

$$\overline{\overline{\Omega}} = \overline{\overline{W}} - \overline{\overline{W^P}} \qquad \text{(Equation IV-7)}$$

Où $\overline{\overline{W}}$ est la partie antisymétrique du gradient de la vitesse de transformation et $\overline{\overline{W^P}}$ son corollaire pour la déformation plastique.

Dans le cas de notre cristal de référence sollicité en déformation plane et subissant du fait de l'orientation des plans de glissement, une contrainte plane, cette équation se réduit à chaque pas de déformation à une rotation incrémentale $\Delta\omega$ autour de l'axe transverse dont l'amplitude est donnée par :

$$\Delta\omega = \frac{d\gamma}{2} - \frac{d\gamma_1}{2} - \frac{d\gamma_2}{2} \qquad \text{(Equation IV-8)}$$

C'est le signe de $\Delta\omega$ qui donne le sens de la rotation ; lorsque $\Delta\omega$ est positif le réseau cristallin tourne dans le sens horaire et lorsque $\Delta\omega$ est négatif la rotation se fait en sens opposé.

C.2.1. Cisaillement simple

Pour introduire et expliquer l'apport de cette démarche, on va s'intéresser en premier lieu au cas du cristal de référence lorsque celui-ci est sollicité en cisaillement simple. Dans ce cas, les conditions limites imposées se réduisent à $\gamma \geq 1$ et $\varepsilon = 0$.

Cette déformation peut intégralement être portée par deux systèmes, ce qui donne :

$$\begin{cases} \gamma_1 = \dfrac{\gamma F_{\sigma 2}}{F_{\tau 1} F_{\sigma 2} - F_{\sigma 1} F_{\tau 2}} \\ \gamma_2 = -\gamma_1 \dfrac{F_{\sigma 1}}{F_{\sigma 2}} \end{cases} \qquad \text{(Equation IV-9)}$$

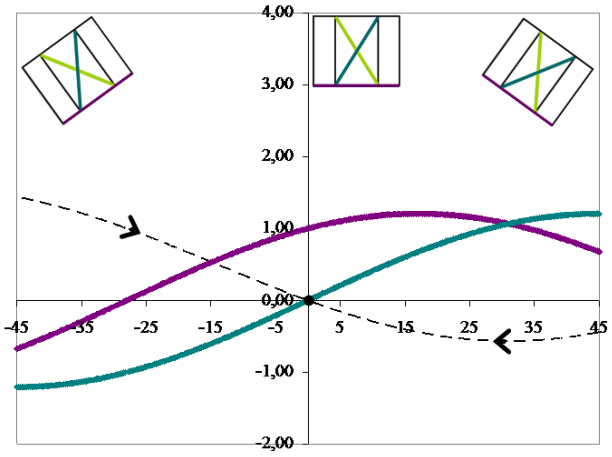
En considérant l'activation des systèmes basal et pyramidal avant, on obtient le graphique de la figure IV-15a. Dans ce cas, les courbes pleines représentent γ_{Basal} (violet) et $\gamma_{Pyramidal\ avant}$ (vert foncé) en fonction de l'orientation du grain de référence caractérisée par l'angle initial ω_0 que forme l'axe $\vec{c}$ et ND. Les orientations sont schématiquement symbolisées par les représentations de la maille hexagonale introduites dans la figure IV-14b. La courbe pointillée représente la rotation $\Delta\omega$ et le sens de cette rotation est rappelé par les flèches noires sur la courbe.

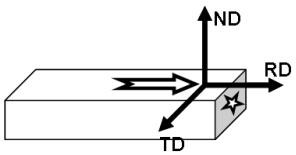
L'examen de cette figure permet de tirer les conclusions suivantes :

* Tout d'abord, le cisaillement simple peut être intégralement accommodé par l'activité du système basal et du système pyramidal avant, et ce quel que soit l'angle ω de pivot du cristal représentatif autour de TD.

* Du fait de l'état de déformation imposé ($\varepsilon = 0$), le système basal ne pourra être activé seul que lorsque $\omega = 0$, c'est-à dire lorsque le plan de glissement est parfaitement aligné avec la direction de glissement.

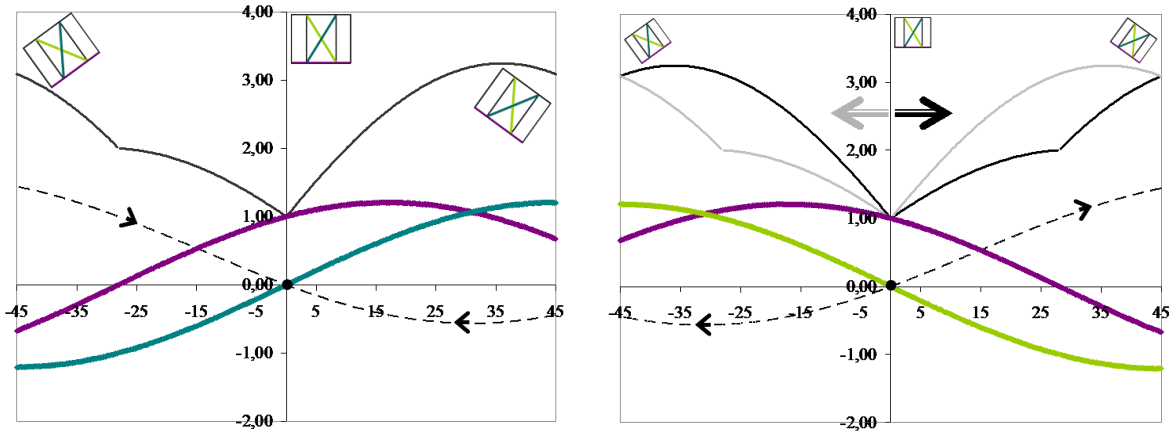
* Si l'on ne considère que ces deux systèmes de glissement, il existe une position d'équilibre stable à $\omega = 0$. En effet, la rotation est positive pour des angles négatifs et négative dans le cas contraire.





Basal
Pyramidal avant
Pyramidal arrière
Rotation
ΔE
ΔE B-Pavant

a) **Orientation du grain représentatif**



b) **Orientation du grain représentatif** c) **Orientation du grain représentatif**

Figure IV-15 : modélisation lors d'un cisaillement simple de la déformation associée à la combinaison de deux systèmes de plans de glissement, basal et pyramidal avant avec la rotation du grain (a) et l'énergie nécessaire à l'activation de ces plans (b). Et modélisation équivalente pour la combinaison de système basal et pyramidal arrière (c).

Le graphique de la figure IV-15a se base sur une combinaison de deux systèmes de glissement : basal et pyramidal avant. Il existe toutefois deux autres combinaisons possibles à partir des 3 systèmes considérés (basal, pyramidal avant et pyramidal arrière). Un travail similaire pourra donc être fait pour les autres combinaisons. Ainsi, la figure IV-15c reprend la même démarche pour le couple basal – pyramidal arrière. Les résultats sont globalement similaires avec toutefois une différence importante en termes de stabilité de l'orientation ω = 0. Dans cette configuration nous obtenons la conclusion inverse, à savoir que la position d'équilibre pour cette orientation est instable.

Pour pouvoir déterminer laquelle des combinaisons de système de glissement sera effectivement activée pour une orientation donnée, il convient d'estimer l'énergie à fournir pour accommoder la déformation. Le couple de systèmes qui sera associé au travail plastique le plus faible sera naturellement sélectionné par le matériau.

Lorsque plusieurs systèmes de glissement sont activés, le travail à fournir par unité de volume s'écrit :

$$\Delta E_s = \sum_s \tau_s^{CRSS} d\gamma_s \qquad \text{(Equation IV-10)}$$

Où τ_s^{CRSS} est la cission critique du système de glissement s. Pour l'AZ31, la cission critique du plan basal est très faible par rapport à tous les autres plans de glissement possible. On utilisera par la suite un rapport 2 entre la cission critique des plans pyramidaux par rapport au plan basal pour représenter cet état de fait. Seul ce rapport est important. On peut s'affranchir de l'effet du niveau de contrainte sur l'estimation comparative de l'énergie à fournir pour les différentes configurations en normalisant l'énergie par la cission critique du plan basal, ce qui donne :

$$\Delta E = \frac{\Delta E_s}{\tau_{Basal}^{CRSS}} = \frac{\tau_1^{CRSS}}{\tau_{Basal}^{CRSS}} |d\gamma_1| + \frac{\tau_2^{CRSS}}{\tau_{Basal}^{CRSS}} |d\gamma_2| \qquad \text{(Equation IV-11)}$$

Dans le cas d'un système 'basal – pyramidal', l'équation IV-11 devient :

$$\Delta E = \frac{\Delta E_s}{\tau_{Basal}^{CRSS}} = |d\gamma_1| + 2|d\gamma_2| \qquad \text{(Equation IV-12)}$$

En effet, en augmentant le rapport $\frac{\tau_{Pyramidal}^{CRSS}}{\tau_{Basal}^{CRSS}}$, ΔE augmentera aussi, par contre, la position des minima et des maxima de ΔE ne dépendront que de τ et σ.

L'évolution de ΔE est ajoutée aux courbes précédentes sur la figure IV-15b.

Il apparaît que l'énergie associée à la combinaison basal – pyramidal avant est décroissante entre -45 < ω < 0 puis croissante au-delà. Les ruptures de pente observées sur la courbe $\Delta E(\omega)$ correspondent systématiquement à l'inversion du sens des glissements sur le système considéré ou à l'arrêt de l'activité sur un des systèmes de glissement considérés. Ainsi, deux points singuliers apparaissent le premier à ω=-28° où le système pyramidal est aligné avec la direction de sollicitation et le second à ω = 0° où seul le système basal accommode la déformation. Le travail atteint évidemment sa valeur minimum en ce dernier point.

Un travail similaire est fait pour les autres combinaisons de systèmes de glissement, afin de déterminer laquelle nécessite le travail le plus faible et donc quels systèmes de glissement seront prépondérants lors de la déformation.

La figure IV-15c présente le résultat de ces calculs pour la combinaison de systèmes de glissement basal – pyramidal arrière. Les résultats de cette figure IV-15c se déduisent de ceux de la figure IV-15b par une simple symétrie. Ainsi on retrouve un point singulier à l'angle ω = 26° où l'activité du basal est nulle du fait de l'alignement du plan pyramidal avec la direction de sollicitation. Notons toutefois que l'inversion du sens de rotation se traduit par un comportement très différent. En effet, quand pour le couple 'basal - pyramidal avant', la rotation ramenait systématiquement toutes les orientations vers ω = 0°, l'activité conjointe des systèmes basal et pyramidal arrière, provoque une rotation qui éloigne l'orientation de la position d'équilibre ω = 0°, équilibre qui devient ainsi instable. La réalité fera appel à ces deux configurations pour minimiser le travail à fournir dans les différentes orientations, l'énergie correspondant à la combinaison précédente (basal - pyramidal avant) a été superposée sur cette figure pour faciliter la comparaison :

* pour ω < 0°, l'énergie nécessaire pour activer la combinaison 'basal – pyramidal avant' est inférieure à celle relative à la combinaison 'basal - pyramidal arrière'. Dans ce domaine c'est donc le couple basal – pyramidal avant qui accompagnera la déformation. Cette combinaison provoque une rotation du cristal dans le sens horaire, c'est-à-dire vers la position ω = 0°.

* pour ω > 0°, la hiérarchie des courbes est inversée et c'est la combinaison 'basal – pyramidal arrière' qui accommode la déformation. En conséquence, la rotation s'effectue dans le même sens.

* ω = 0° reste un point particulier : en ce point, quelle que soit la combinaison de systèmes prise en compte, c'est le basal qui accommode à lui tout seul toute la déformation. Cette activité ne provoque aucune rotation.

Le résultat net de cette analyse est que, pour le cisaillement simple, toutes les orientations assimilables à notre cristal représentatif subissent une rotation dans le même sens. Ainsi pour ω < 0°, les grains convergeront vers ω = 0°. A l'inverse, les grains caractérisés par ω > 0°, s'éloigneront de cette orientation. On retrouve avec cette approche le fait qu'en cisaillement simple la rotation s'opère toujours dans le même sens et qu'en conséquence les orientations à l'équilibre (Δω = 0°) ne sont que semi stables [Beausir 07-b].

Cet accord avec les résultats de la littérature permet de valider la capacité de cette démarche simplifiée à appréhender le comportement du matériau pour une sollicitation donnée. On va maintenant tenter d'interpréter avec cet outil le comportement de l'AZ31 en laminage.

C.2.2. Laminage symétrique

Dans le cas d'un laminage symétrique, les conditions limites données sont γ = 0 et ε ≥ 1, soit :

$$\begin{cases} \gamma_1 = \dfrac{-2\varepsilon F_{\tau 2}}{F_{\tau 1}F_{\sigma 2} - F_{\sigma 1}F_{\tau 2}} \\ \gamma_2 = \dfrac{2\varepsilon}{F_{\sigma 2}} - \gamma_1 \dfrac{F_{\sigma 1}}{F_{\sigma 2}} \end{cases} \qquad \text{(Equation IV-13)}$$

La figure IV-16 présente l'activité des différents systèmes de glissement pour les trois couples envisagés. Les zones surlignées en rouge correspondent aux domaines de prédominance de chacune des combinaisons par rapport aux deux autres. Cette prépondérance est déterminée en comparant le travail associé à la déformation pour chaque cas de figure.

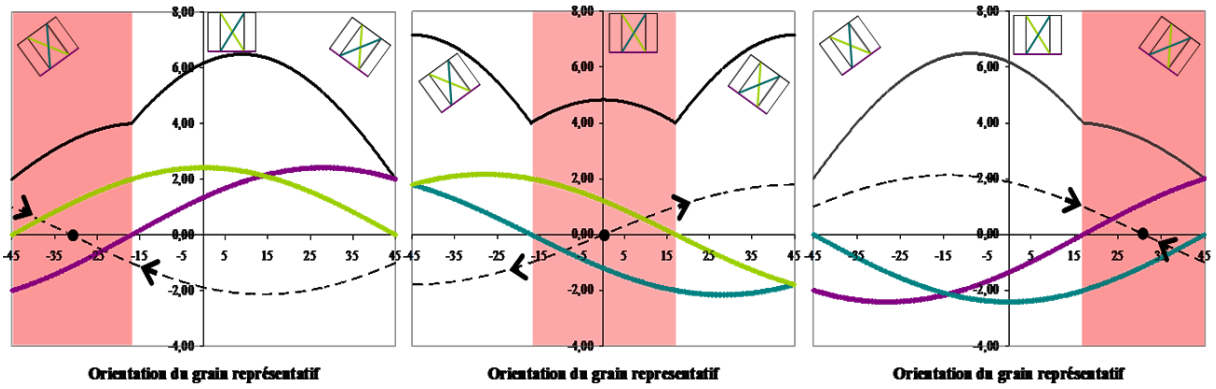


Figure IV-16 : modélisation de la déformation associée aux plans de glissement pour les différentes combinaisons de systèmes de deux plans cristallographiques lors du laminage symétrique (ε = 1 et γ = 0) : systèmes basal – pyramidal arrière (gauche), systèmes pyramidal avant – pyramidal arrière (centre) et systèmes basal – pyramidal avant (droite)

De cette confrontation, il ressort que pour les grains contenus dans la composante principale de la texture, les systèmes pyramidaux sont les plus favorablement orientés. Cette conclusion n'est assurément pas surprenante. Que l'orientation caractérisée par $\omega = 0°$ soit à l'équilibre ($\Delta\omega = 0°$) peut également se déduire aisément de la symétrie du système. Ce qui par contre n'est pas intuitif c'est le fait que cet équilibre est totalement instable. En effet le sens de rotation est positif si $\omega > 0°$ et négatif dans le cas contraire. En d'autres termes, cette orientation d'équilibre n'est pas un point de convergence. Or, elle se veut représentative de la composante principale de la texture après laminage de l'AZ31. La conclusion est que, contrairement à toute attente, la stabilité de cette composante, que l'on retrouve après chaque passe de laminage, ne provient pas directement de l'activité des systèmes de glissement.

Ce paradoxe appelle plusieurs commentaires. Tout d'abord, il ne s'agit pas d'un artefact lié aux limitations propres à l'approche simplifiée proposée ici. Il s'avère que les résultats obtenus par Beausir et al. [Beausir 09] à l'aide d'un calcul autocohérent (donc plus complet) donne un résultat similaire : la composante principale n'est pas stable au regard de la déformation principale. De plus il existe plusieurs cas dans la littérature faisant effet d'une texture à deux composantes en laminage symétrique (voir le Chapitre 1). Dans les deux cas l'estimation est effectuée en ne considérant que la déformation plastique et sans tenir compte d'effets éventuels du maclage. Il est vrai que le travail présenté précédemment sur le maclage rend l'intervention de ce mécanisme peu probable. La vitesse de rotation est nulle pour la position $\omega = 0°$ mais reste faible pour $\omega < 5°$. On peut en déduire une certaine stabilité apparente pour ces orientations sachant que les taux de déformation par passe restent modérés. L'explication la plus probable réside dans un renforcement de la composante principale de la texture par un effet de recristallisation. Rappelons qu'il avait été noté (figure III-28) qu'un traitement thermique de 10 min à 773 K avait tendance à rétablir cette composante {0002} perpendiculaire à ND. Nous ne disposons toutefois pas d'autres éléments permettant d'infirmer ou de confirmer cette hypothèse.

L'élément à retenir est qu'une stabilité texturale est expérimentalement observée pour une orientation qui, d'après l'approche proposée fait intervenir principalement les deux système de glissement pyramidaux. Cette corrélation sera reprise plus loin.

L'autre élément d'importance est que dans le cas du laminage symétrique d'un échantillon avec une forte composante {0002} perpendiculaire à ND, le plan basal ne contribuera pas ou peu à la déformation.

C.2.3. Laminage asymétrique

Les conditions limites considérées dans le cas du laminage asymétrique sont $\gamma \geq 1$ et $\varepsilon \geq 1$. Pour suivre qualitativement le processus, un rapport ε/γ est déterminé du graphique de suivi du cisaillement durant le laminage (figure III-23), en effet la courbe de tendance du cisaillement apparent donne $\gamma_{apparent} = 2{,}07r$, ainsi en utilisant l'équation C-11 de l'annexe C,

le facteur $a = \gamma / \varepsilon$ est estimé à 0,7. Le raisonnement sera donc réalisé pour le cas où ε = 1 et γ = 0,7. Les activités des systèmes de glissement sont à nouveau calculées à partir de l'équation IV-6, qui donne :

$$\begin{cases} \gamma_1 = \dfrac{\gamma F_{\sigma 2} - 2 F_{\tau 2}}{F_{\tau 1} F_{\sigma 2} - F_{\sigma 1} F_{\tau 2}} \\ \gamma_2 = \dfrac{2}{F_{\sigma 2}} - \gamma_1 \dfrac{F_{\sigma 1}}{F_{\sigma 2}} \end{cases} \qquad \text{(Equation IV-14)}$$

Tout comme pour le laminage symétrique, le comportement du matériau est estimé pour les trois couples possibles de systèmes de glissement (figure IV-17).

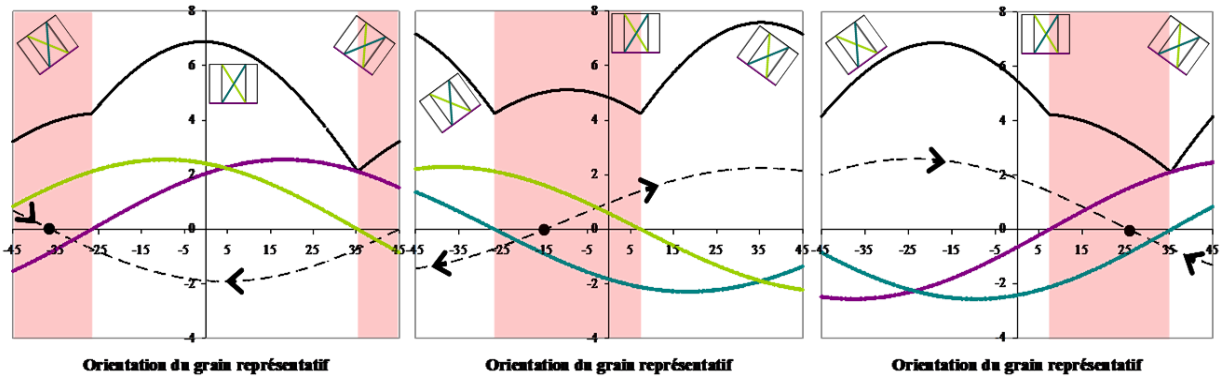


Figure IV-17 : modélisation de la déformation associée aux plans de glissement pour les différentes combinaisons de systèmes de deux plans cristallographiques lors du laminage asymétrique (ε = 1 et γ = 0,7) : systèmes basal – pyramidal arrière (gauche), systèmes pyramidal avant – pyramidal arrière (centre) et systèmes basal – pyramidal avant (droite)

L'ensemble des résultats présente de fortes similarités avec ceux du laminage symétrique (figure IV-16). De fait, l'activité des systèmes et l'évolution du travail à fournir en fonction de l'orientation présente les mêmes tendances si l'on décale les courbes d'une quinzaine de degrés dans le sens négatif. Ce décalage s'explique aisément en schématisant l'état de contrainte associé au laminage asymétrique à l'aide du cercle de Mohr (figure IV-6).

On peut en premier lieu s'intéresser à l'activité conjointe des deux systèmes de glissements pyramidaux. Ce couple sera prédominant dans une gamme d'orientations comprises entre -27° et +7°. A nouveau, la combinaison de ces systèmes donne une orientation sans rotation qui se situe cette fois-ci à ω = -15°, et de même cet équilibre est instable. Ainsi se retrouve à peu de choses près la même situation que celle qui prévalait pour l'orientation ω = 0° en laminage symétrique pour laquelle il avait été noté expérimentalement une stabilité texturale sans que l'on puisse interpréter cet état de fait avec l'approche proposée. Cela étant, les mêmes causes produisant les mêmes effets il est possible de justifier, à défaut de l'expliquer, la présence de la composante texturale dite 'arrière' dans le cas du laminage asymétrique par simple effet de mimétisme : ce qui est vrai à ω = 0° en

laminage symétrique doit l'être en un certain point, se caractérise par une valeur négative de ω, en laminage asymétrique. Cette valeur dépendra du rapport effectif ε/γ.

Le point le plus intéressant est sans conteste le fait que, contrairement au laminage symétrique, l'activité du système basal est maintenant possible pour un grand nombre de grains. En effet, la composante texturale principale est assimilable à notre cristal représentatif pour des orientations proches de $\omega = 0°$. Or le couple basal – pyramidal avant est prépondérant pour $\omega > 7°$. De plus, tous les cristaux présentant une orientation entre -15° et 7° tournent dans le sens positif. C'est-à-dire que la majorité des grains du polycristal devrait tôt ou tard arriver dans une configuration proche de celle représentée par $\omega > 7°$.

Cette configuration particulière présente deux caractéristiques d'importance qui vont être à l'origine de la formation des bandes de cisaillement observées expérimentalement.

* Tout d'abord, elle comprend une orientation d'équilibre stable. En effet, la rotation du cristal s'effectue dans le sens positif mais la vitesse de rotation est décroissante. Il existe donc une orientation pour laquelle $\Delta\omega = 0°$. Au-delà de ce point la vitesse de rotation change de signe alors que le couple de systèmes considéré reste le plus favorable énergétiquement. Ce point singulier correspond donc à un équilibre stable (figure IV-17c).

* En second lieu, on notera que le travail à fournir pour activer ces deux systèmes décroît au fur et à mesure que le cristal pivote dans le sens positif. Cette diminution correspond à l'alignement progressif du système basal (le plus facile à activer) avec la direction de cisaillement. Cette situation, si elle s'opère pour un grand nombre de grains, donne lieu à de l'adoucissement textural.

La conséquence immédiate de ces caractéristiques est que compte tenu de la texture initiale de la tôle laminée, l'introduction d'une composante de cisaillement en laminage asymétrique provoque l'activité du système basal dans un grand nombre de grains. Cette activité donne lieu à son tour à un adoucissement textural. Pour finir, les conditions limites du procédé sont suffisamment lâches pour permettre le développement d'une localisation de la déformation et la ruine du matériau.

Il convient de préciser qu'un processus faisant intervenir la rotation cristallographique est progressif. Cette particularité est totalement compatible avec le caractère cumulatif de la ruine du matériau d'une passe à l'autre (figure IV-11). De plus, l'adoucissement textural précède la formation de bandes de cisaillement. Ainsi on notera que la composante dite 'avant' de la texture ne correspond pas uniquement au volume contenu dans les bandes. Cette affirmation est appuyée par les résultats, car les textures obtenues par DRX sont représentatives d'une surface d'environ 3 mm de diamètre. Or les bandes de cisaillement observées à la figure IV-11a, ne semblent pas dépasser les quelques microns de largeur et apparaissent avec une fréquence minimum de 1,5 mm (avant cassure). Ensuite, la composante 'avant' dénote également une évolution texturale importante dans l'ensemble de la tôle, sur la figure III-31 notamment, il était montré que pour une cartographie réalisée, les zones représentant les deux orientations étaient réparties de façon homogène dans des grains de taille aléatoire. Cette observation n'est donc pas compatible avec l'idée des bandes de

cisaillement, car dans ce cas l'une des orientations aurait été concentrée dans des petits grains formant une ligne, ce qui n'est clairement pas le cas. L'instabilité macroscopique ne s'opère que lorsque le poids de cette composante de texture devient suffisant pour promouvoir une concentration de la déformation sous forme de bandes.

La conclusion la plus importante est que cette instabilité est inévitable pour l'AZ31 si la texture initiale de la tôle reste inchangée. L'objectif de cette thèse, qui était de promouvoir un changement de texture par laminage asymétrique, s'avérait être tout simplement intenable.

D. Conclusion

Il a été prouvé que l'AZ31 réagissait différemment lorsqu'il est était laminé de manière symétrique ou asymétrique. Ces différences sont d'abord observables au niveau macroscopique avec une nette différence d'aspect. Puis elles se confirment au niveau microscopique et textural avec des marquages propres à l'asymétrie sur les types de maclage et les textures obtenues.

L'apparition des macles a été attribuée à la fin du laminage, avant la sortie des rouleaux. Ainsi le maclage n'est influencé que par les contraintes agissant en fin de laminage. C'est-à-dire que dans le cas du laminage asymétrique, le maclage ne proviendra que du cisaillement, c'est pourquoi il y aura essentiellement des doubles macles $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$. Alors que lors d'un laminage symétrique, les macles sont plutôt de type $\{10\bar{1}2\}$, leur apparition durant ce type de laminage n'est toutefois pas entièrement expliquée.

Ensuite, la texture cristallographique des tôles est l'un des paramètres clefs du contrôle de la capacité du matériau à être mis en forme. Modifier la texture était un des impératifs de ce travail. Les résultats sont à ce titre à la hauteur de l'attente. En effet, la superposition d'une composante de cisaillement à l'effort de laminage produit un étalement du pic central et se traduit par une diminution de l'intensité de la texture. Cette nouvelle texture, signature du laminage asymétrique, ainsi que la texture obtenue en laminage symétrique, ont toutes deux été expliquées au travers d'une étude théorique des glissements.

Malgré tout, l'impact escompté sur les propriétés mécaniques est loin d'être à la hauteur de ce qui était espéré, comme l'ont prouvé les essais de cisaillement. En effet de nombreuses instabilités apparaissent sous forme de bandes de cisaillement durant le laminage asymétrique. Ces bandes trouveraient leur fondement dans les instabilités texturales, cette hypothèse est confirmée par la texture obtenue en laminage asymétrique et l'étude théorique des glissements. C'est une diminution importante de l'énergie d'activation des systèmes de glissement basal et pyramidal qui est à l'origine de l'adoucissement du matériau et donc des instabilités.

Conclusion générale

L'objectif initial de cette étude était d'étudier les possibilités de laminage asymétrique avec des rouleaux à température ambiante d'un alliage de magnésium, l'AZ31 ; et le cas échéant, de déterminer les meilleurs paramètres pour réaliser ce laminage et apporter une amélioration des propriétés de cet alliage par rapport à un laminage conventionnel. Il est rapidement apparu évident que laminer ce type d'alliage à température ambiante était quasiment impossible. L'étude s'est donc tournée vers un laminage à température mixte : une tôle chaude qui passe entre des rouleaux non chauffés.

Des essais ont été réalisés sur des échantillons d'AZ31 portés à haute température et avec des paramètres de laminage sélectionnés expérimentalement. Ces paramètres regroupent la vitesse des rouleaux et le ratio de vitesse, le sens d'introduction de l'échantillon, la réduction totale et par passe, ainsi que le nombre de passes. Les échantillons sont laminés soit de manière symétrique soit de manière asymétrique, et ce dans des conditions similaires. Puis afin de mieux comprendre les effets du laminage asymétrique, des analyses macroscopiques et microscopiques, telles qu'une observation par microscope optique ou par MET ou des analyses de texture, sont réalisées aussi bien sur les échantillons laminés que sur un échantillon brut de réception. Enfin des essais de cisaillement ont été réalisés pour vérifier les capacités de mise en forme des échantillons laminés.

Tous ces essais et analyses ont permis de mettre en évidence une différence de comportement entre les échantillons laminés de manière symétrique et les échantillons laminés de manière asymétrique ; la seule similitude observée est leur réponse aux essais de cisaillement, prouvant que les capacités de mise en forme ne sont ni améliorées, ni dégradées par l'introduction d'une composante de cisaillement dans le laminage. Toutefois les points communs s'arrêtent ici, car en fin de laminage, les échantillons ont une apparence très différente, quand l'échantillon symétrique est lisse et homogène, l'asymétrique affiche quant à lui une réduction d'épaisseur plus importante pour des conditions de laminage équivalentes, ainsi que de nombreuses fissures sur ses bords ; ces dernières sont dues à la formation de bandes de cisaillement causées par des instabilités localisées dans le matériau.

Au niveau de la microstructure, bien que les deux types d'échantillon présentent de nombreuses macles, les types de maclage sont totalement différents, Le laminage symétrique produit des macles $\{10\bar{1}2\}$ dites 'macles de traction' quand le laminage asymétrique engendre principalement des doubles macles $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$. Alors que l'origine des premières est discutable, pour les secondes au contraire leur type de maclage et leur orientation sont justifiés par la composante de cisaillement qui prime sur la compression en fin de processus de laminage, moment où se forment les macles. Cette observation indique que la composante de cisaillement a un impact non négligeable sur l'échantillon final.

La texture des échantillons montre une signature pour chacune des techniques de laminage utilisées. La texture en laminage symétrique est une texture fibre avec l'axe <0002> orienté parallèle à la direction normale de l'échantillon. Alors que celle du laminage asymétrique présente deux composantes sur sa texture {0002}, dont la principale est légèrement décalée du centre à l'opposé de la direction de laminage et la seconde est située à environ 30° vers la direction de laminage. Ce dédoublement de la texture en asymétrique est attribué aux instabilités apparaissant dans le matériau au cours du laminage, or après élimination systématique des diverses causes d'instabilité possibles, l'instabilité retenue serait provoquée par un adoucissement textural. Afin d'interpréter ces textures et vérifier cette hypothèse, une étude a été réalisée sur les glissements de type basal et pyramidal pouvant intervenir dans le matériau, le but était de déterminer si des instabilités texturales pouvaient apparaître dans les échantillons. Une instabilité de ce type a effectivement pu être démontrée dans le cas du laminage asymétrique, car une chute d'énergie d'activation du système de glissement basal a été mise en évidence. Cette faible énergie provoque une rapide rotation cristallographique de certains grains dans le matériau, et donc une instabilité localisée. Cette explication rejoint la texture observée en laminage asymétrique, notamment la seconde composante dont l'angle correspond à l'orientation qui présente la plus basse énergie d'activation.

Cette étude, tout en permettant une meilleure compréhension de ce qui se passe au niveau cristallographique dans un alliage d'AZ31 laminé de manière asymétrique, laisse tout de même quelques incertitudes : notamment le travail effectué qui est basé sur l'explication de résultats expérimentaux, au travers d'une étude théorique réduite à des combinaisons de deux systèmes de glissement. Les résultats obtenus sont corrects et adaptés dans le cadre du raisonnement effectué. Cependant il pourrait être intéressant d'affiner le raisonnement au travers d'une étude théorique plus approfondie qui prendrait en compte tous les systèmes de glissement possibles en même temps, donnant une meilleure précision sur le scénario de déformation par glissement.

Ensuite l'étude réalisée sur les macles pourrait être complétée par de plus nombreux échantillons et un plus grand nombre d'observations, afin d'obtenir un meilleur échantillonnage. De même, il serait aussi très intéressant de trouver un moyen pour cibler les zones, telles que les bandes de cisaillement par exemple, à observer par MET.

Enfin les mécanismes de déformation étant peu à peu mieux connus, il reste à trouver un moyen de laminer, tout en gardant des rouleaux froids, l'alliage AZ31 en palliant ces problèmes.

Bibliographie

[Agnew 05] Sean R. Agnew, Özgür Duygulu, *"Plastic anisotropy and the role of non-basal slip in magnesium alloy AZ31B"* International Journal of Plasticity, vol. 21, p. 1161-1193, 2005

[Alberny 07] R. Alberny, *"Laminage à chaud des produits plats sur train à bandes. Partie 1"* Techniques de l'Ingénieur, ref. m7940, 2007

[AluMatter] http://aluminium.matter.org.uk

[Ando 10] D. Ando, J. Koike, Y. Sutou, *"Relationship between deformation twinning and surface step formation in AZ31 magnesium alloys"* Acta Materialia, vol. 58, p. 4316-4324, 2010

[Avitzur 83] B. Avitzur, *"Handbook of Metal-Forming Processes"* Wiley – Interscience publication, 1983

[Barnett 01] M.R. Barnett, *"Influence of deformation conditions and texture on the high temperature flow stress of magnesium AZ31"* Journal of Light Metals, vol. 1, p. 167-177, 2001

[Barnett 04] M.R. Barnett, M.D Nave, C.J. Bettles, *"Deformation microstructures and textures of some cold rolled Mg alloys"* Materials Science and Engineering A, vol. 386, p. 205-211, 2004

[Barnett 07-a] M.R. Barnett, *"Twinning and the ductility of magnesium alloys Part I: Tension twins"* Materials Science and Engineering A, vol. 464, p. 1-7, 2007

[Barnett 07-b] M.R. Barnett, *"Twinning and the ductility of magnesium alloys Part II: Contraction twins"* Materials Science and Engineering A, vol. 464, p. 8-16, 2007

[Barnett 08] M.R. Barnett, Z. Keshavarz, A.G. Beer, X. Ma, *"Non-Schmid behaviour during secondary twinning in a polycrystalline magnesium alloy"* Acta Materialia, vol. 56, p. 5-15, 2008

[Bazile 85] F. Bazile, *"Traitements thermiques des alliages de magnésium"* Techniques de l'Ingénieur, ref. M1305, 1985

[Beausir 07-a] B. Beausir, *"Plasticité cristalline des matériaux hexagonaux sous cisaillement : application au Magnésium"* Thèse de l'Université Paul Verlaine et de l'Université de Sherbrooke, 2007

[Beausir 07-b] Benoît Beausir, László S. Tóth, Kenneth W. Neale *"Ideal orientations and persistence characteristics of hexagonal close packed crystals in simple shear"* Acta Materialia, vol. 55, p. 2695-2705, 2007

[Beausir 09] Benoît Beausir, Somjeet Biswas, Dong Ik Kim, László S. Tóth, Satyam Suwas *"Analysis of microstructure and texture evolution in pure magnesium during symmetric and asymmetric rolling"* Acta Materialia, vol. 57, p. 5061-5077, 2009

[Beyerlein 12] I.J. Beyerlein, J. Wang, M.R. Barnett, C.N. Tomé, *"Double twinning mechanisms in magnesium alloys via dissociation of lattice dislocations"* Proceedings of the Royal Society A, vol. 468, p. 1496-1520, 2012

[Boissière 08] R. Boissière, *"Effet de la température sur les capacités de mise en forme d'alliages de magnésium corroyés"* Thèse INPG, 2008

[Boutin 75] F. Boutin, *"Aspects métallurgiques du laminage à froid"* Mise en forme des métaux et alliages, édition du CNRS, 1972

[Christian 02] J.W. Christian, *"The theory of transformations in metals and alloys"* ed. Pergamon, 2002

[Cizek 08] P. Cizek, M.R. Barnett, *"Characteristics of the contraction twins formed close to the fracture surface in Mg-3Al-1Zn alloy deformed in tension"* Scripta Materialia, vol. 59, p. 959-962, 2008

[Clausen 08] B. Clausen, C.N. Tomé, D.W. Brown, S.R. Agnew, *"Reorientation and stress relaxation due to twinning – Modeling and experimental characterization for Mg"* Acta Materialia, vol. 56, p. 2456-2468, 2008

[Daaland 96] O. Daaland, E. Nes, *"Recrystallization texture development in commercial Al-Mn-Mg alloys"* Acta Materialia, vol. 44, p. 1413-1435, 1996

[Descartes 11] S. Descartes, C. Desrayaud, E.F. Rauch, *"Inhomogeneous microstructural evolution of pure iron during high-pressure torsion"* Materials Science and Engineering A, vol. 528, p. 3666-3675, 2011

[Dupuy 00] L. Dupuy, *"Comportement mécanique d'un alliage d'aluminium hyper-déformé"* Thèse INPG, 2000

[Fabrègue 00] P. Fabrègue, *"Métallurgie du laminage à chaud"* Techniques de l'Ingénieur, ref. m7860, 2000

[Flachat 35] S. Flachat, *"Traité élémentaire de mécanique industrielle"* Seconde Publication de l'Industrie, 1835

[Ghobrial 89] M.I. Ghobrial, *"A photoelastic investigation on the contact stresses developed in rolls during asymmetrical flat rolling"* International Journal of Mechanical Sciences, vol. 31, p. 751-764, 1989

[Gurao 11] N.P. Gurao, S. Sethuraman, Satyam Suwas, *"Effect of strain path change on the evolution of texture and microstructure during rolling of copper and nickel"* Materials Science and Engineering A, vol. 528, p. 7739-7750, 2011

[Halloumi 11] A. Halloumi, *"Modélisation mécanique et thermique du procédé de laminage asymétrique"* Thèse de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Saint-Etienne, 2011

[Halloumi 12] A. Halloumi, Ch. Desrayaud, B. Bacroix, E. Rauch, F. Montheillet, *"A simple analytical model of asymmetric rolling"* Archives of Metallurgy and Materials, vol. 57, p. 425-435, 2012

[Hartt 67] Hartt W.H., Reed-Hill R.E., *"The irrational habit of second-order /1011/-/1012/ twins in magnesium"* Transactions of the Metallurgical Society of AIME, vol. 239, p. 1511-1517, 1967

[Honeycombe 84] R.W.K. Honeycombe, *"The plastic deformation of metals (Second Edition)"* ed. Edward Arnold, 1984

[Horiuchi 10] J. Horiuchi, H. Inoue, T. Takasugi, *"Texture and mechanical properties of AZ31 Magnesium alloy sheets processed by symmetric/asymmetric combination hot-rolling"* Materials Science Forum, vol. 654-656, p. 719-722, 2010

[Huang 08-a] Xinsheng Huang, Kazutaka Suzuki, Akira Watazu, Ichinori Shigematsu, Naobumi Saito, *"Microstructure and texture of Mg-Al-Zn alloy processed by differential speed rolling"* Journal of Alloys and Compounds, vol. 457, p. 408-412, 2008

[Huang 08-b] Xinsheng Huang, Kazutaka Suzuki, Akira Watazu, Ichinori Shigematsu, Naobumi Saito, *"Mechanical properties of Mg-Al-Zn alloy with a tilted basal texture obtained by differential speed rolling"* Materials Science and Engineering A, vol. 488, p. 214-220, 2008

[Huang 09-a] Xinsheng Huang, Kazutaka Suzuki, Akira Watazu, Ichinori Shigematsu, Naobumi Saito, *"Improvement of formability of Mg-Al-Zn alloy sheet at low temperatures using differential speed rolling"* Journal of Alloys and Compounds, vol. 470, p.263-268, 2009

[Huang 09-b] Xinsheng Huang, Kazutaka Suzuki, Akira Watazu, Ichinori Shigematsu, Naobumi Saito, *"Microstructural and textural evolution of AZ31 magnesium alloy during differential speed rolling"* Journal of Alloys and Compounds, vol. 479, p. 726-731, 2009

[Huang 09-c] Xinsheng Huang, Kazutaka Suzuki, Akira Watazu, Ichinori Shigematsu, Naobumi Saito, *"Effects of thickness reduction per pass on microstructure and texture of Mg-3Al-1Zn alloy sheet processed by differential speed rolling"* Scripta Materialia, vol. 60, p. 964-967, 2009

[Huang 09-d] Xinsheng Huang, Kazutaka Suzuki, Naobumi Saito, *"Microstructure and mechanical properties of AZ80 magnesium alloy sheet processed by differential speed rolling"* Materials Science and Engineering A, vol. 508, p. 226-233, 2009

[Huang 11] Xinsheng Huang, Kazutaka Suzuki, Yasumasa Chino, Mamoru Mabuchi, *"Improvement of stretch formability of Mg-3Al-1Zn alloy sheet by high temperature rolling at finishing pass"* Journal of Alloys and Compounds, vol. 509, p. 7579-7584, 2011

[Jeong 08] H.G. Jeong, Y.G. Jeong, W.J. Kim, *"Microstructure and superplasticity of AZ31 sheet fabricated by differential speed rolling"* Journal of Alloys and Compounds, vol. 4, p. 279-282, 2008

[Ji 07] Y.H. Ji, J.J. Park, W.J. Kim, *"Finite element analysis of severe deformation in Mg-3Al-1Zn sheets through differential-speed rolling with a high speed ratio"* Materials Science and Engineering A, vol. 454-455, p. 570-574, 2007

[Jiang 07] L. Jiang, J.J. Jonas, R.K. Mishra, A.A. Luo, A.K. Sachdev, S. Godet, *"Twinning and texture development in two Mg alloys subjected to loading along three different strain paths"* Acta Materialia, vol. 55, p. 3899-3910, 2007

[Jin 05] H. Jin, D.J. Lloyd, *"The reduction of planar anisotropy by texture modification through asymmetric rolling and annealing in AA5754"* Materials Science and Engineering A, vol. 399, p. 358-367, 2005

[Jin 07] H. Jin, D.J. Lloyd, *"Evolution of texture in AA6111 aluminium alloy after asymmetric rolling with various velocity ratios between top and bottom rolls"* Materials Science and Engineering A, vol. 465, p. 267-273, 2007

[Johnson 66] W. Johnson, G. Needham, *"Further experiments in asymmetrical rolling"* International Journal of Mechanical Sciences, vol. 8, p. 443, 1966

[Kim 05] Su-Hyeon Kim, Bong-Sun You, Chang Dong Yim, Young-Myoung Seo, *"Texture and microstructure changes in asymmetrically hot rolled AZ31 magnesium alloy sheets"* Materials Letters, vol. 59, p. 3876-3880, 2005

[Kim 07] W.J. Kim, J.B. Lee, W.Y. Kim, H.T.Jeong, H.G. Jeong, *"Microstructure and mechanical properties of Mg-Al-Zn alloy sheets severely deformed by asymmetrical rolling"* Scripta Materialia, vol. 56, p. 309-312, 2007

[Kim 09] W.J. Kim, J.Y. Wang, S.O. Choi, H.J. Choi, H.T. Sohn, *"Synthesis of ultra high strength Al-Mg-Si alloy sheets by differential speed rolling"* Materials Science and Engineering A, vol. 520, p. 23-28, 2009

[Kim 10] W.J. Kim, M.J. Lee, B.H. Lee, Y.B. Park, *"A strategy for creating ultrafine-grained microstructure in magnesium alloy sheets"* Materials Letters, vol. 64, p. 647-649, 2010

[Kocks 79] U.F. Kocks, J.J. Jonas, H. Mecking, *"The development of strain-rate gradients"* Acta Metallurgica, vol. 27, p. 419-432, 1979

[Lagrené 00] G. Lagrené, *"Fonderie et moulage des alliages de magnésium"* Techniques de l'Ingénieur, ref. M3640, 2000

[Le Bon 75] A. Le Bon, *"Aspects métallurgiques du laminage à chaud"* Mise en forme des métaux et alliages, édition du CNRS, 1972

[Margerand 81] René Margerand, *"Texture et anisotropie des métaux et alliages déformés plastiquement"* Techniques de l'Ingénieur, ref. m605, 1981

[Martin 99] C. Martin, *"Superplasticité d'un alliage aluminium – magnésium. Mécanismes de déformation et comportement à l'endomagement"* Thèse INPG, 1999

[Mayama 09] Tsuyoshi Mayama, Kasuya Aizawa, Yuichi Tadano, Mitsutoshi Kuroda, *"Influence of twinning deformation and lattice rotation on strength differential effect in polycrystalline pure magnesium with rolling texture"* Computational Materials Science, vol. 47, p. 448-455, 2009

[M.E.] Magnesium Encyclopedia, http://www.magnesium.com

[Montheillet 09] F. Montheillet, *"Métallurgie en mise en forme à chaud"* Techniques de l'Ingénieur, ref. m3031, 2009

[Montmitonnet 91] Pierre Montmitonnet, *"Laminage à chaud – Théorie du laminage"* Techniques de l'Ingénieur, ref. m7840, 1991

[Mussi 03] Alexandre Mussi, *"Affinage de la microstructure et amélioration des propriétés mécaniques d'un alliage de magnésium par hyper-déformations"* Thèse INPG, 2003

[Oxford] Oxford Instruments, http://www.ebsd.com/

[Rauch 85] E.F. Rauch, G.R. Canova, J.J. Jonas, S.L. Semiatin, *"An analysis of flow localization during torsion testing"* Acta Metallurgica, vol. 33, p. 465-476, 1985

[Rauch 98] E.F. Rauch, *"Plastic anisotropy of sheet metals determined by simple shear tests"* Materials Science and Engineering A, vol. 241, p. 179-183, 1998

[Roumina 08] R. Roumina, C.W. Sinclair, *"Deformation geometry and through-thickness strain gradients in asymmetric rolling"* Metallurgical and Materials Transactions A, vol. 39, p. 2495-2503, 2008

[Salimi 04] M. Salimi, M. Kadkhodaei, *"Slab analysis of asymmetrical sheet rolling"* Journal of Materials Processing Technology, vol. 150, p. 215-222, 2004

[Sevillano 80] J. Gil Sevillano, P. Van Houtte, E. Aernoudt, *"Composantes cristallographique et structurale à l'origine des bandes de cisaillement"* Mémoires et Etudes Scientifiques Revue de Métallurgie, p. 1043-1053, 1980

[Simões 08] Fábio Jorge Pereira Simões, *"Asymmetrical rolling of an aluminium alloy 1050"* Thèse Universidade de Aveiro, Departamento de Engenharia Mecânica, 2008

[Staroselsky 03] A. Staroselsky, L. Anand, *"A constitutive model for hcp materials deforming by slip and twinning: application to magnesium alloy AZ31B"* International journal of Plasticity, vol. 19, p. 1843-1864, 2003

[Styczynski 04] A. Styczynski, Ch. Hartig, J. Bohlen, D. Letzig, *"Cold rolling textures in AZ31 wrought magnesium alloy"* Scripta Materialia, vol. 50, p. 943-947, 2004

[Watanabe 04] H. Watanabe, T. Mukai, K. Ishikawa, *"Differential speed rolling of an AZ31 magnesium alloy and the resulting mechanical properties"* Journal of Materials Science, vol. 39, p. 1477-1480, 2004

[Watanabe 07] Hiroyuki Watanabe, Toshiji Mukai, Koichi Ishikawa, *"Effect of temperature of differential speed rolling on room temperature mechanical*

properties and texture in an AZ31 magnesium alloy" Journal of Materials Processing Technology, vol. 182, p. 644-647, 2007

[Wenk 97] H.-R. Wenk, S. Matthies, J. Donovan, D. Chateigner, *"A windows-based program system for quantitative texture analysis"* Journal of Applied Crystallography, vol. 31, p. 262-269, 1997

[Yin 05] D.L. Yin, K.F. Zhang, G.F. Wang, W.B. Han, *"Superplasticity and cavitation in AZ31 Mg alloy at elevated temperatures"* Materials Letters, vol. 59, p. 1714-1718, 2005

[Yoo 81] M.H. Yoo, *"Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals"* Metallurgical Transactions A, vol. 12, p. 409-418, 1981

Annexes

ANNEXE A : Etude des macles en laminage symétrique **i**

ANNEXE B : Etude des macles en laminage asymétrique **xxxiv**

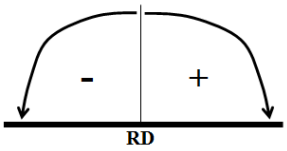
ANNEXE C : Détermination du taux de cisaillement effectif **lxvi**

ANNEXE A

Etude des macles en laminage symétrique

Toutes les cartographies ont été réalisées dans la tranche de l'échantillon.

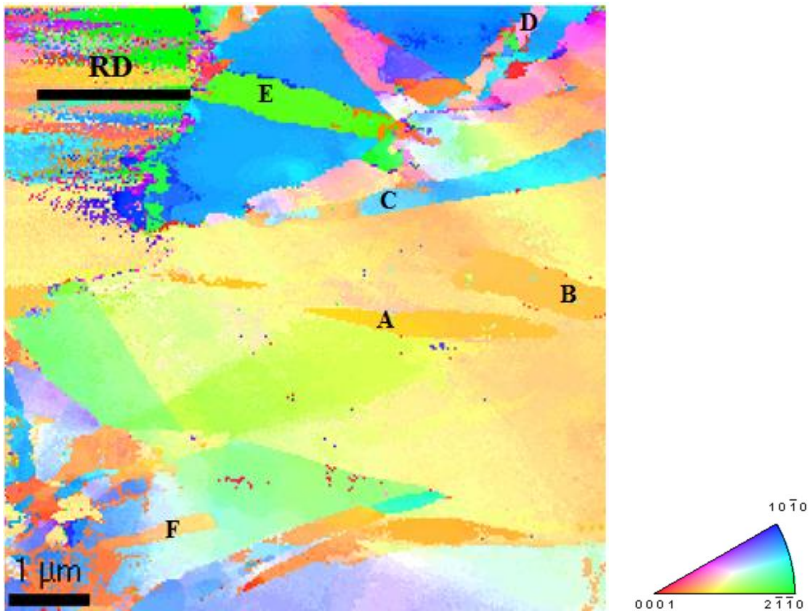
L'orientation des macles par rapport à la direction de laminage sont données avec un angle positif ou un angle négatif selon le code suivant :



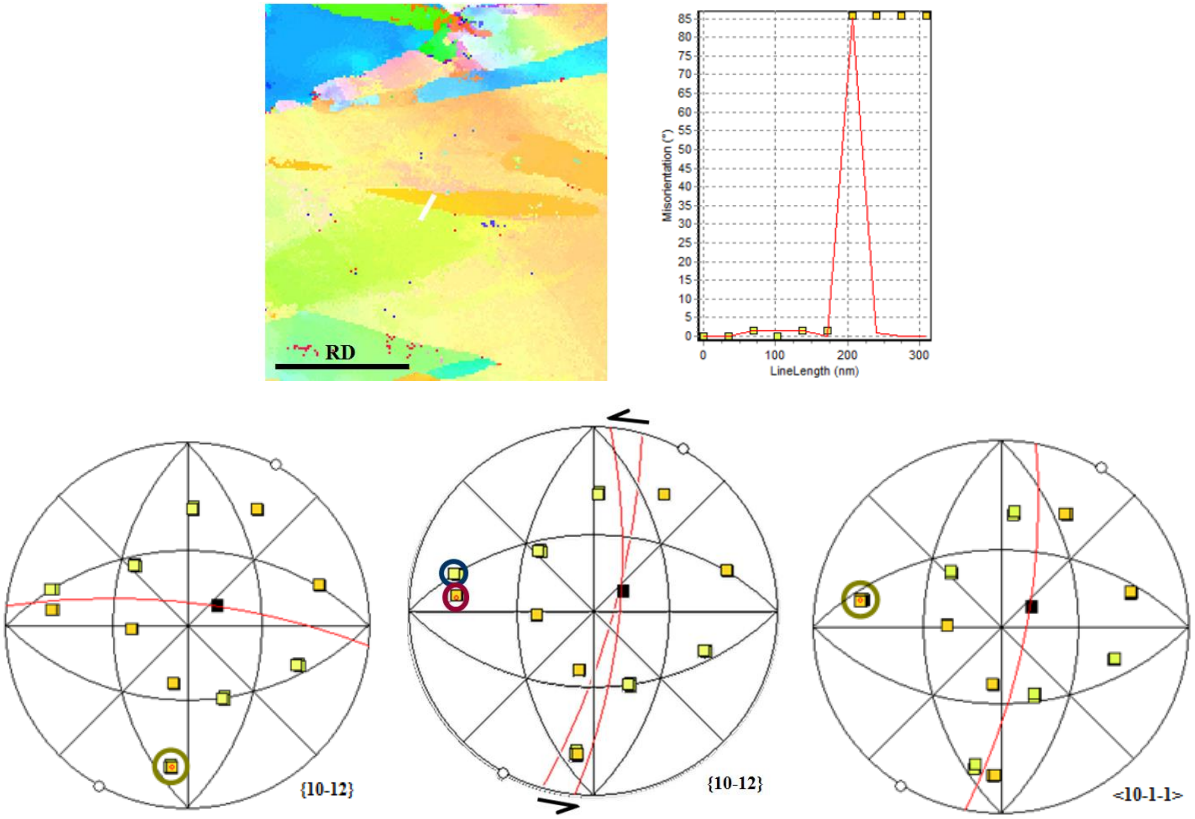
Chaque cartographie est donnée avec le code de couleur adapté par rapport à la direction de laminage.
Chaque macle est préalablement identifiée sur les cartographies complètes.
En cas de problème de visibilité, le code de couleur de la cartographie peut être modifié.
Dans une telle situation, les deux cartographies seront donnée, l'originale et la modifiée.

1ère séance MET

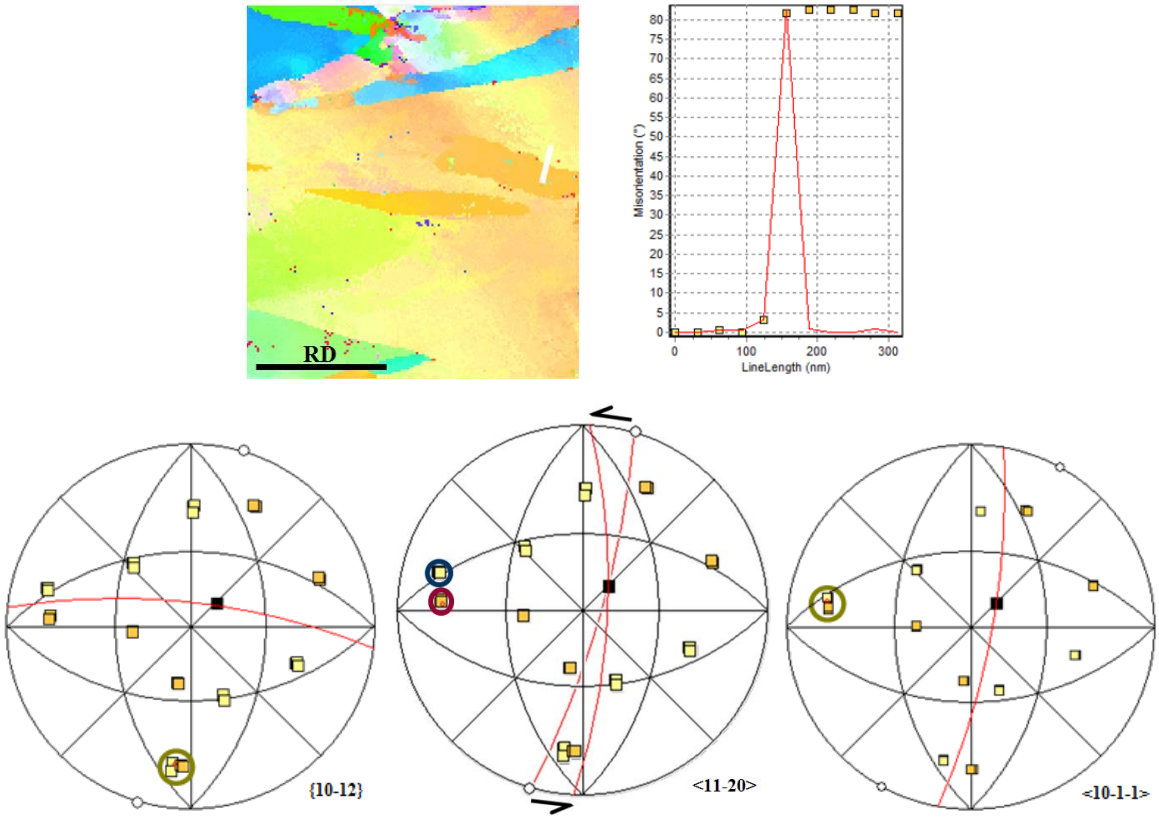
1ère cartographie



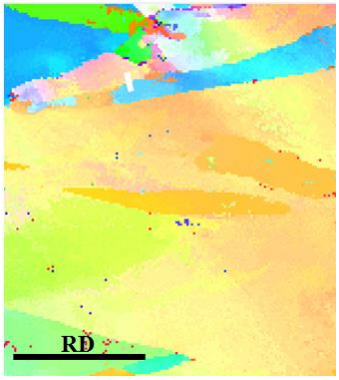
Macle A : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 7° de RD

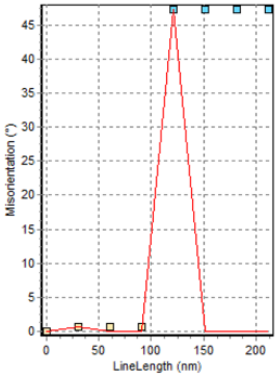


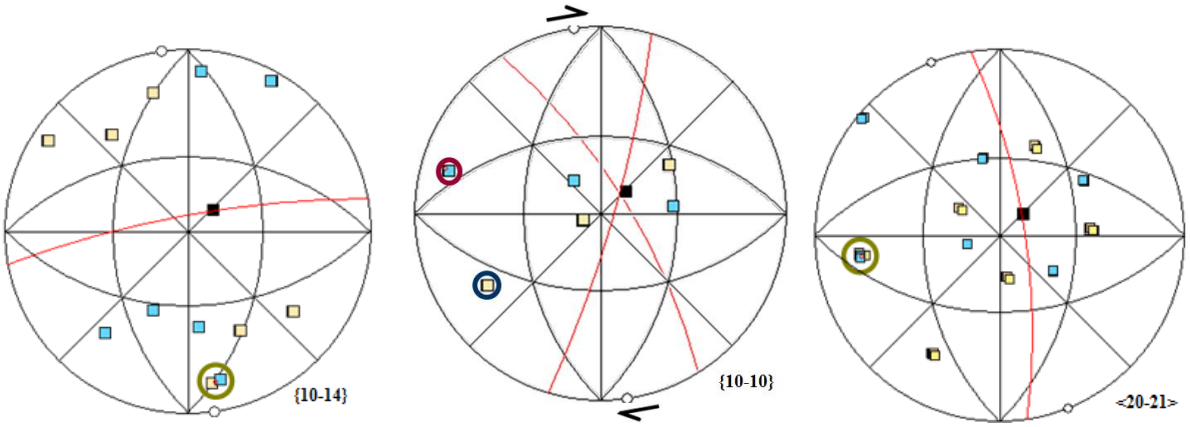
Macle B : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 82° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 7° de RD



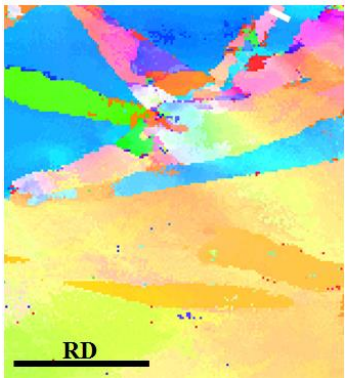
Macle C : macle $\{10\bar{1}4\}$ désorientée de 48° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -10° de RD

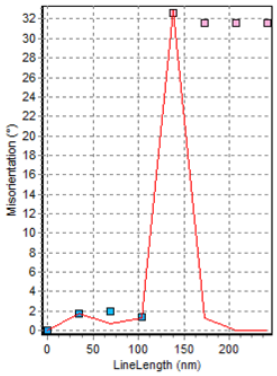


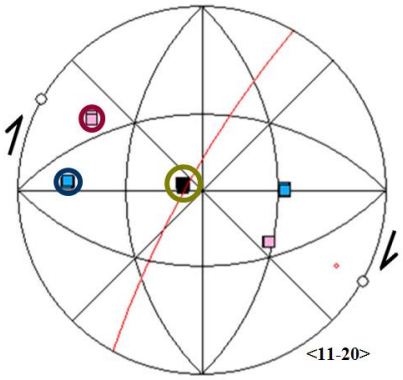




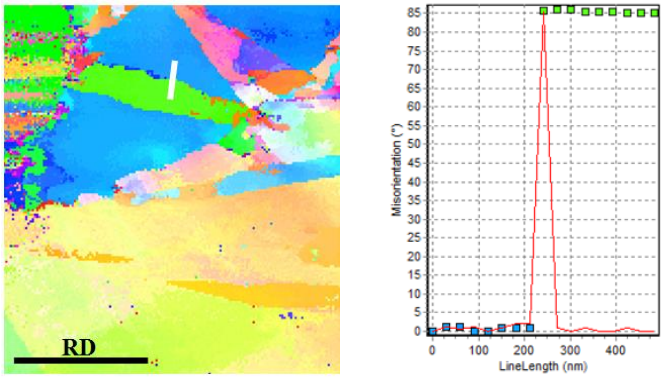
Macle D : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 32° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -60° de RD

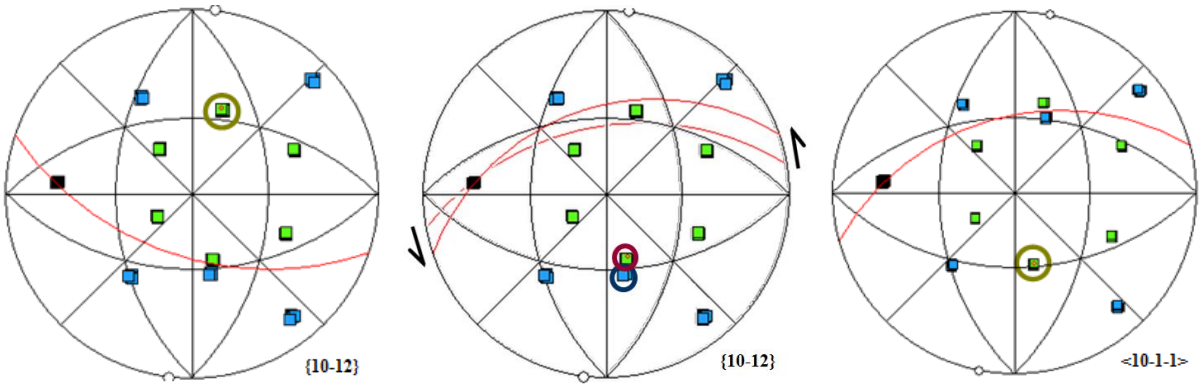




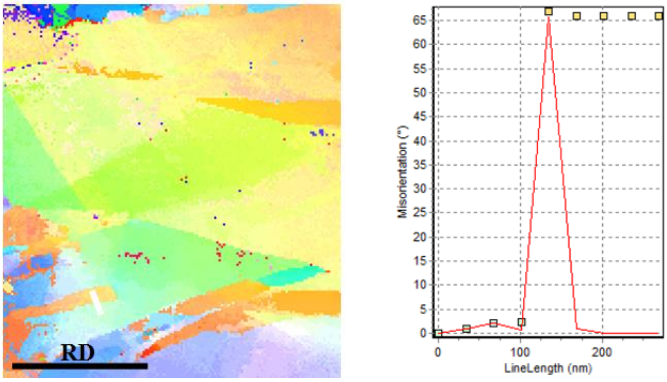


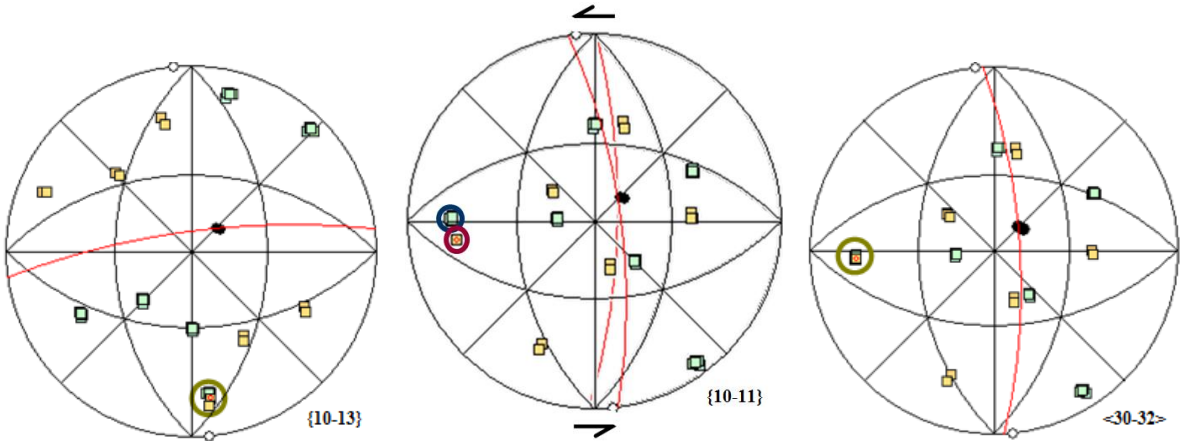
Macle E : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 85° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 18° de RD



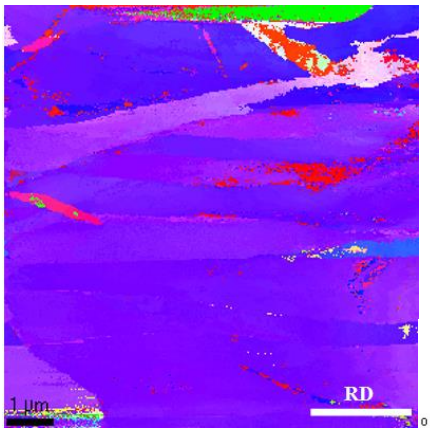


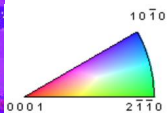
Macle F : macle $\{10\bar{1}3\}$ désorientée de 66° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -6° de RD

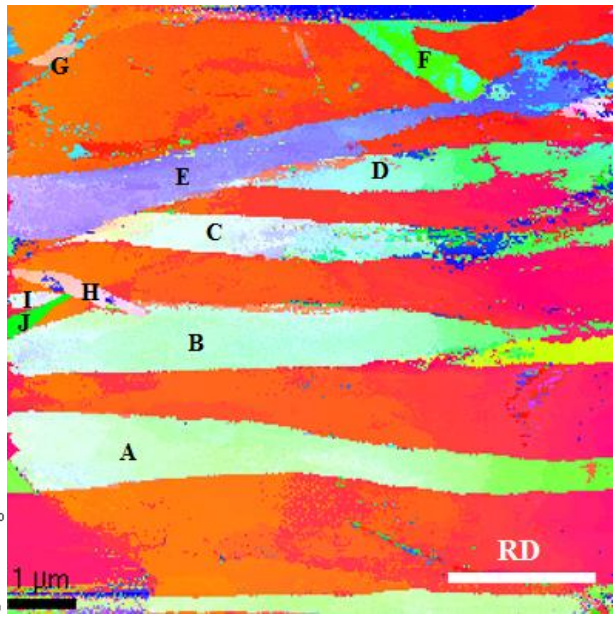




2ème cartographie

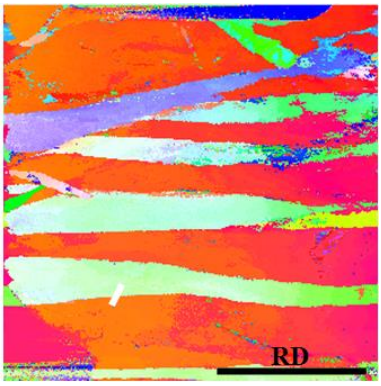


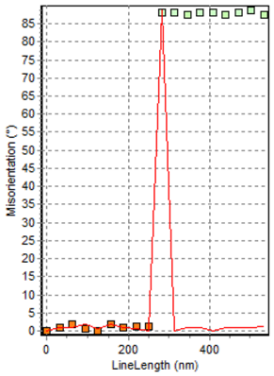


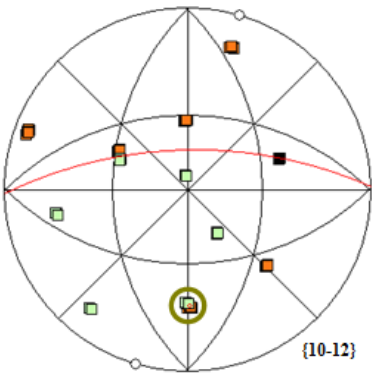


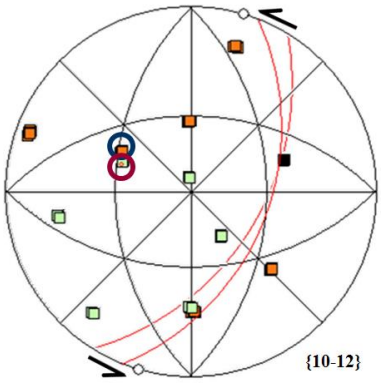
Cartographie originale Cartographie avec le code de couleur modifié

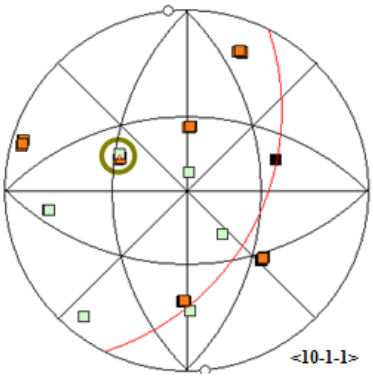
Macle A : macle {10$\bar{1}$2} désorientée de 87° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -1° de RD



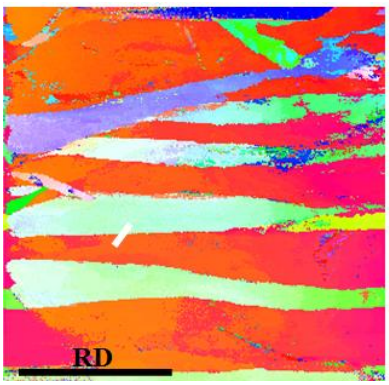


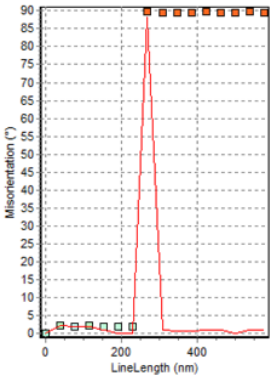


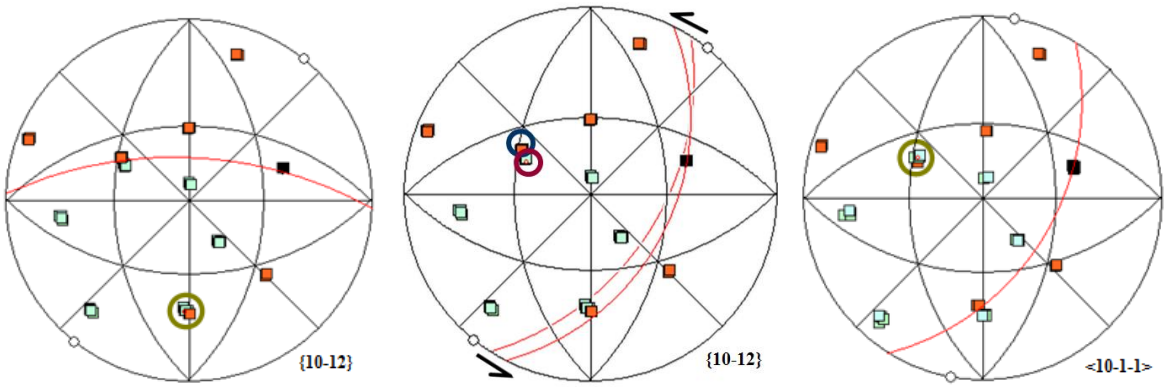




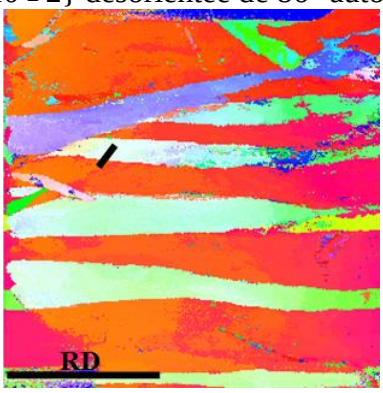
Macle B : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 89° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 3° de RD

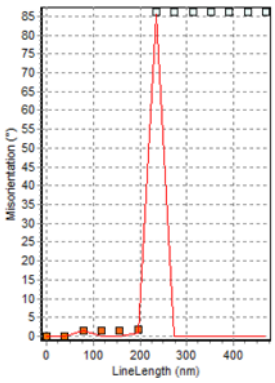


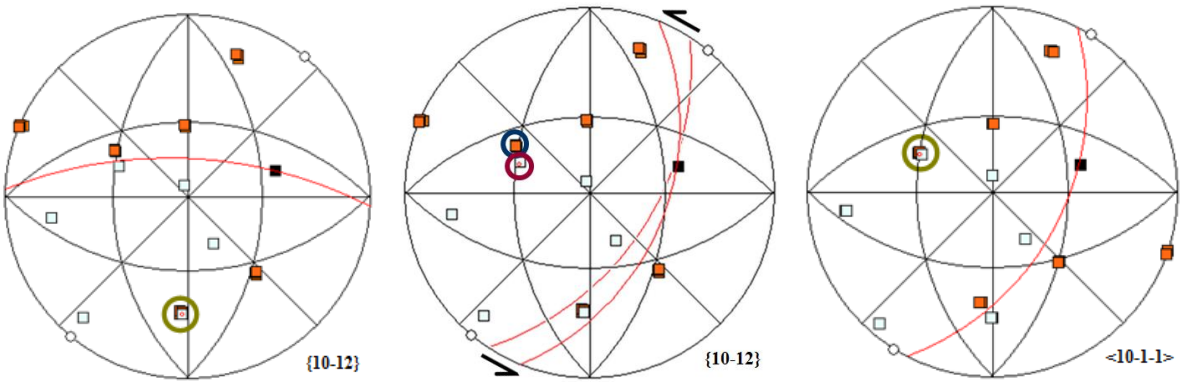




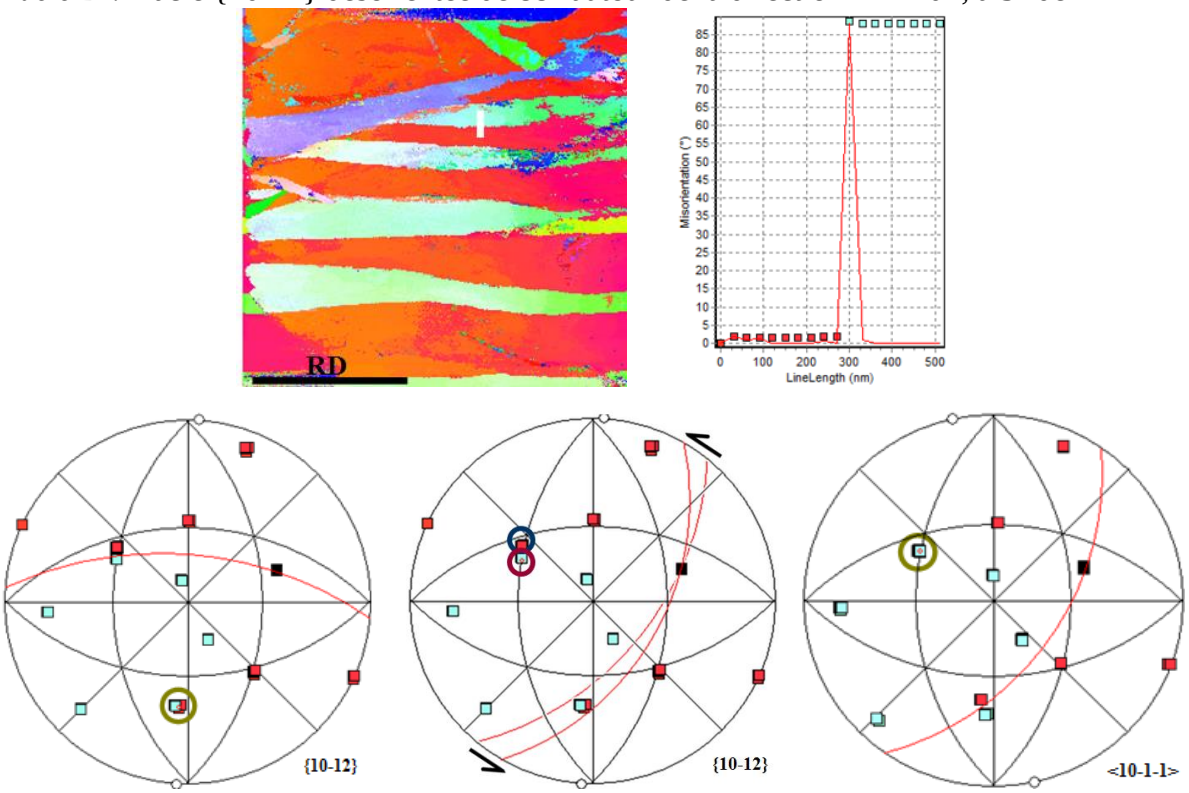
Macle C : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 3° de RD



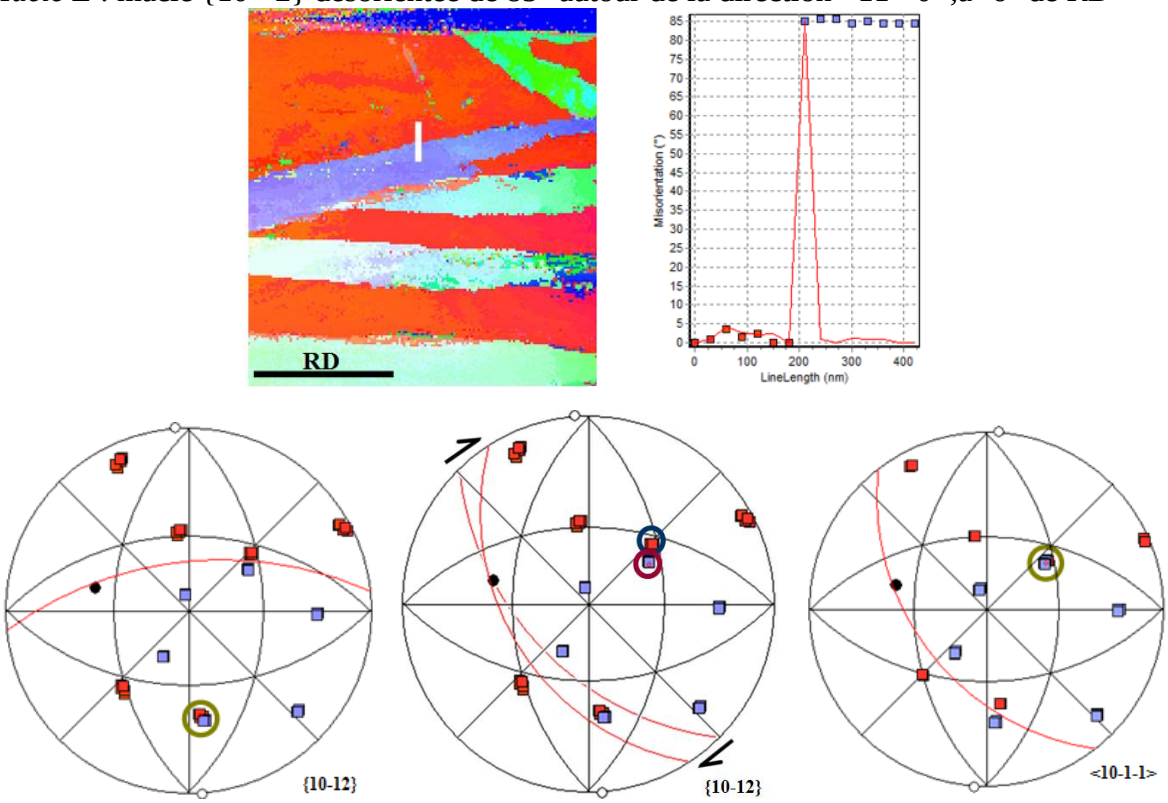




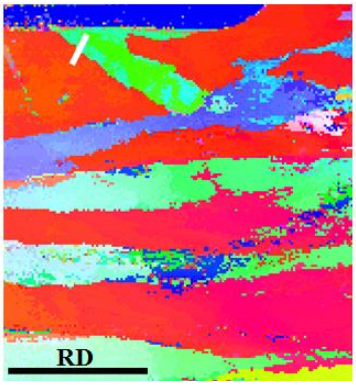
Macle D : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 88° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 5° de RD

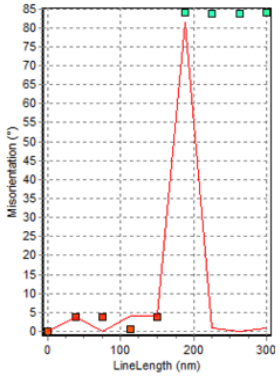


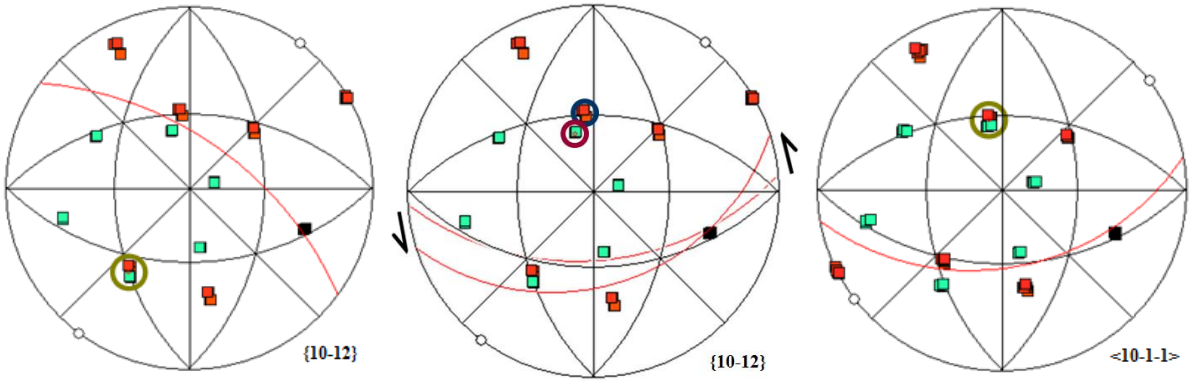
Macle E : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 85° autour de la direction $<11\bar{2}0>$,à -6° de RD



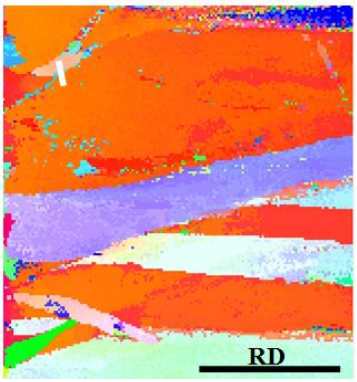
Macle F : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 84° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 35° de RD

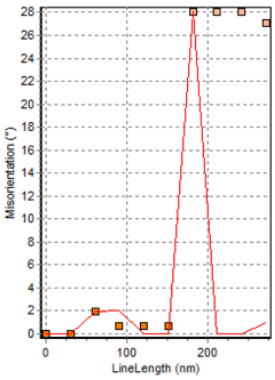


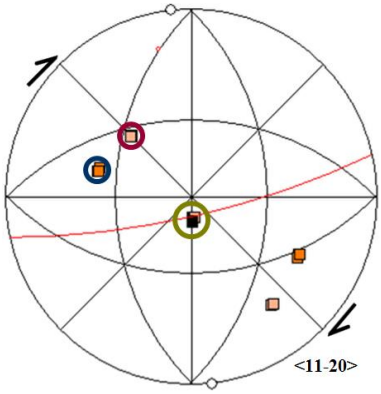




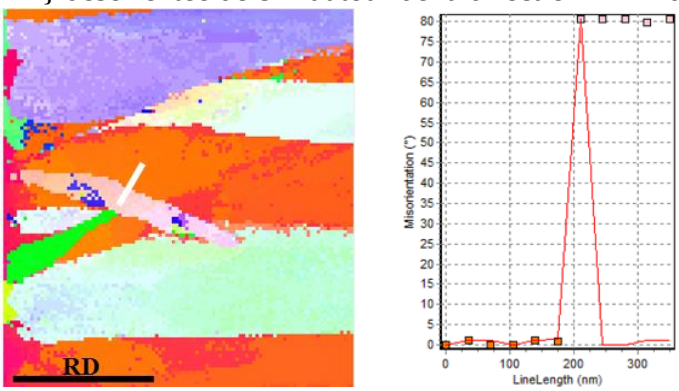
Macle G : double macle $\{10\bar{1}3\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 28° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -9° de RD

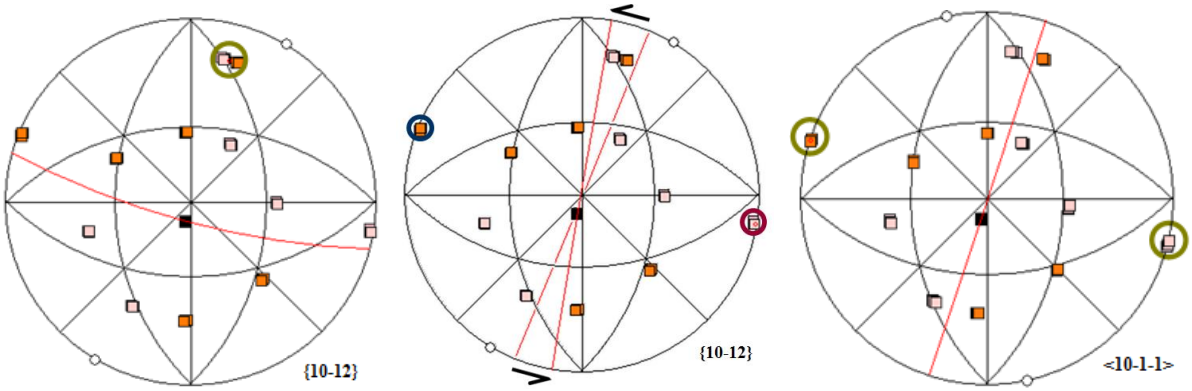




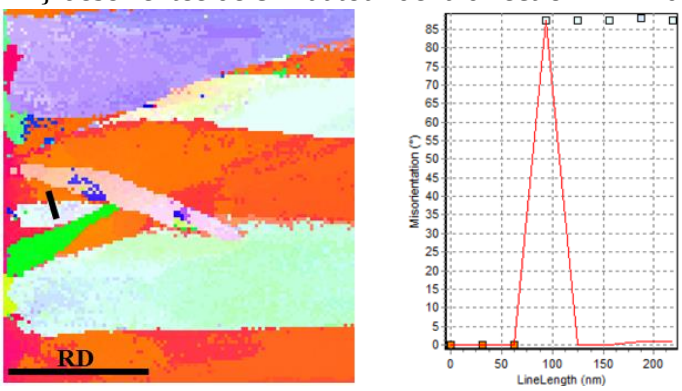


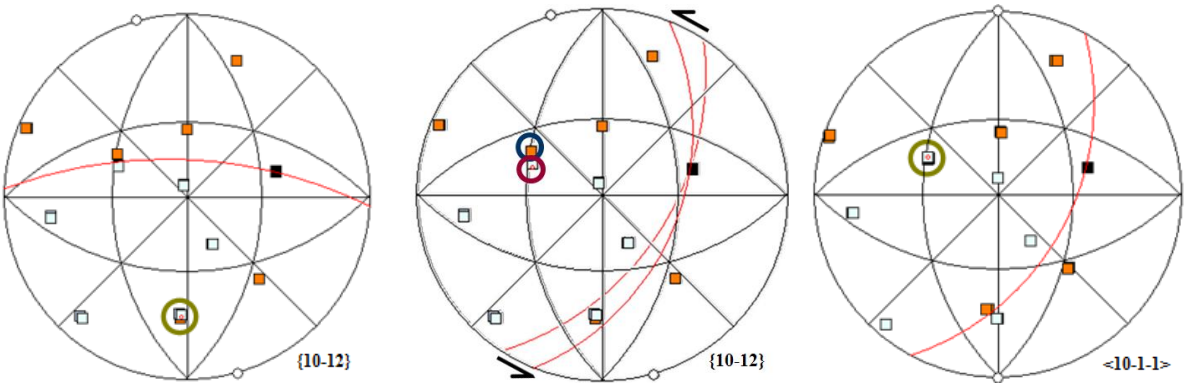
Macle H: macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 81° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 15° de RD



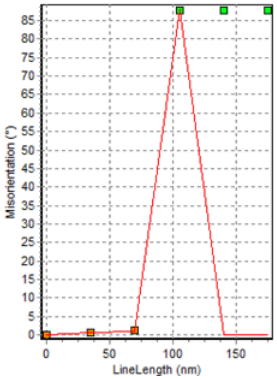


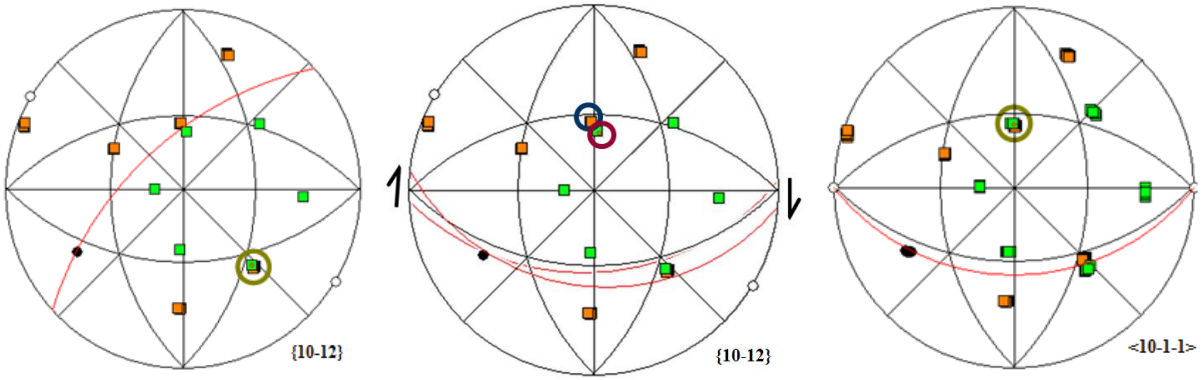
Macle I : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 87° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 4° de RD



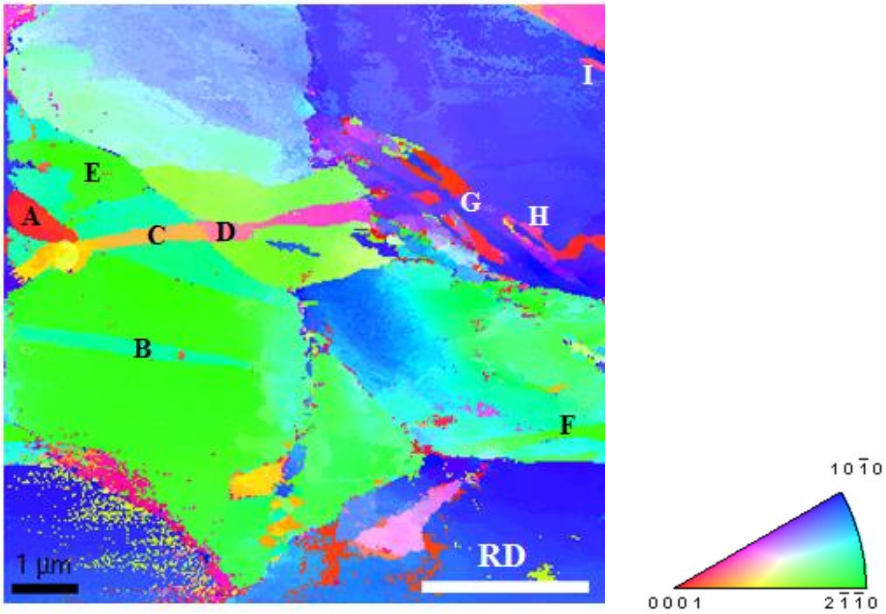


Macle J : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 88° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -42° de RD

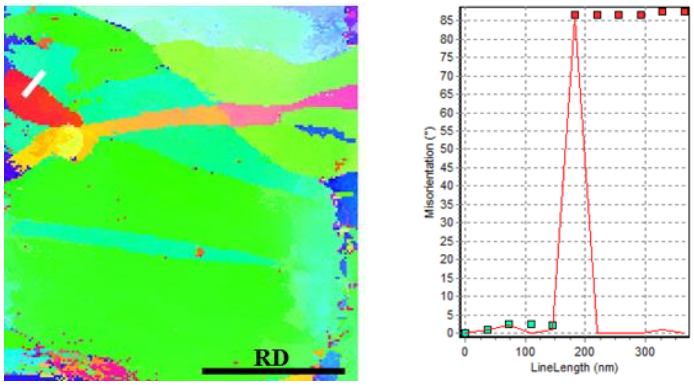


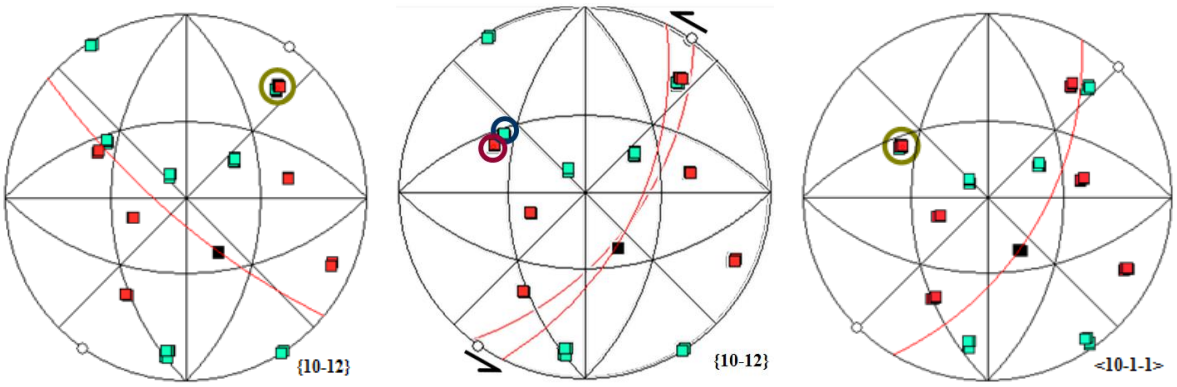


3ème cartographie

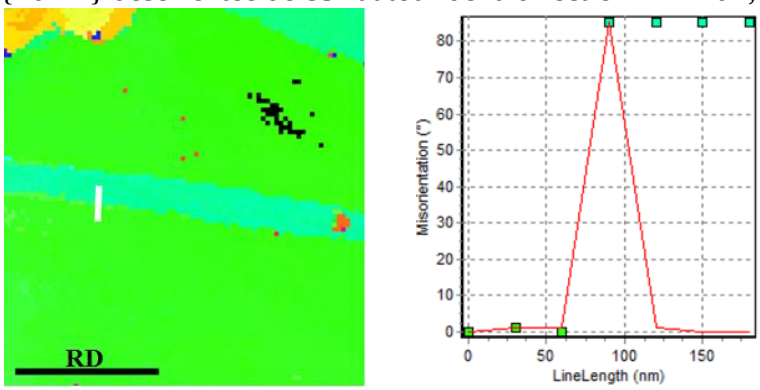


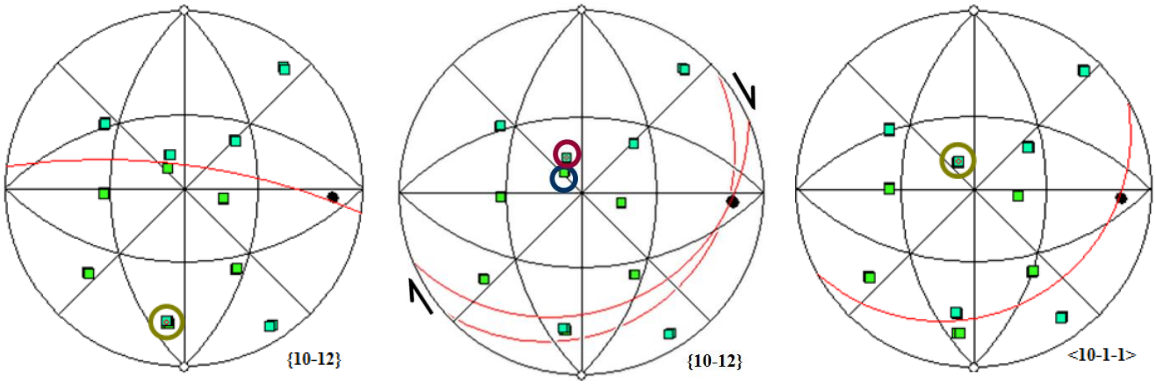
Macle A : macle {10$\bar{1}$2} désorientée de 86° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à 40° de RD



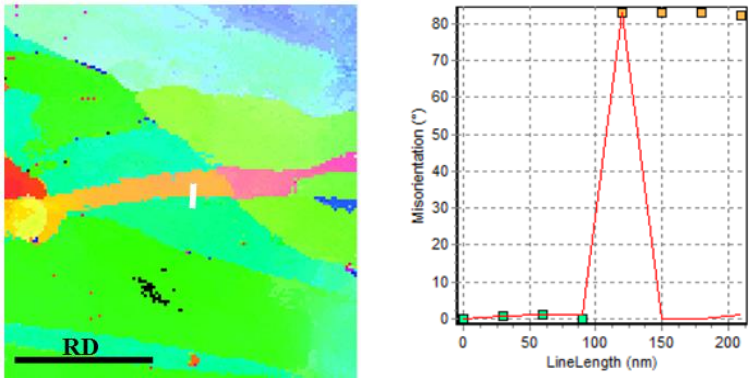


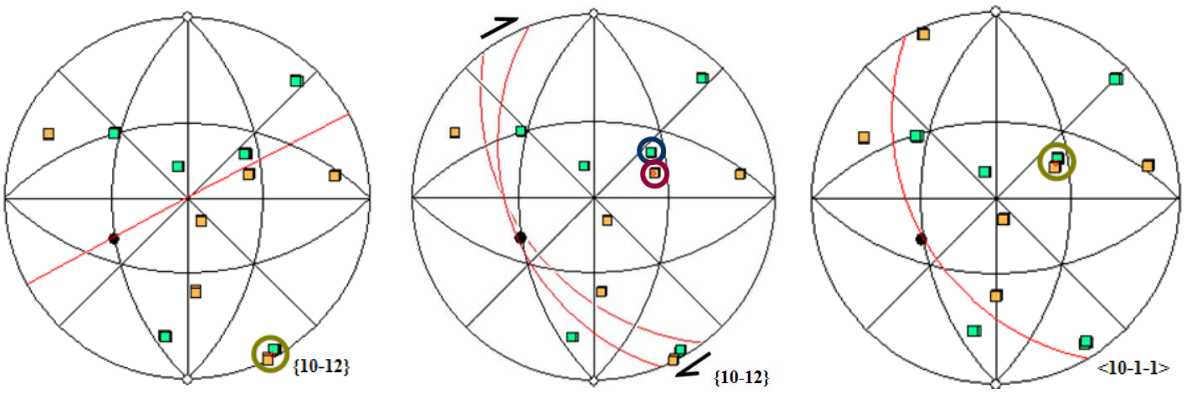
Macle B : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 85° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 9° de RD



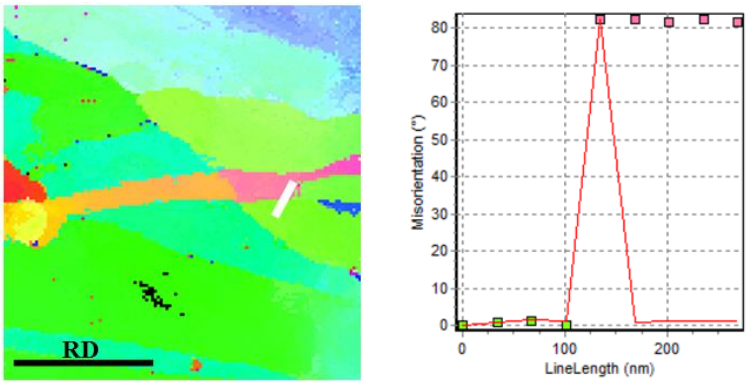


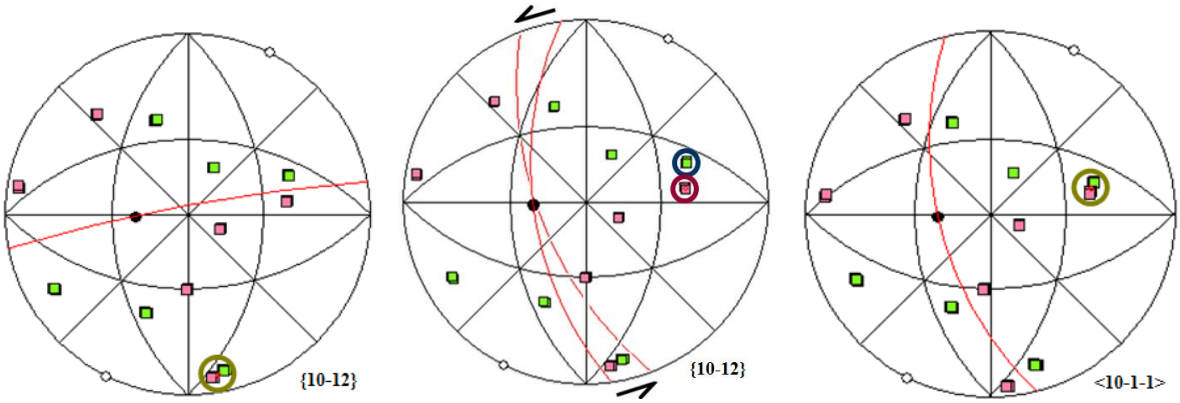
Macle C : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 82° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -28° de RD



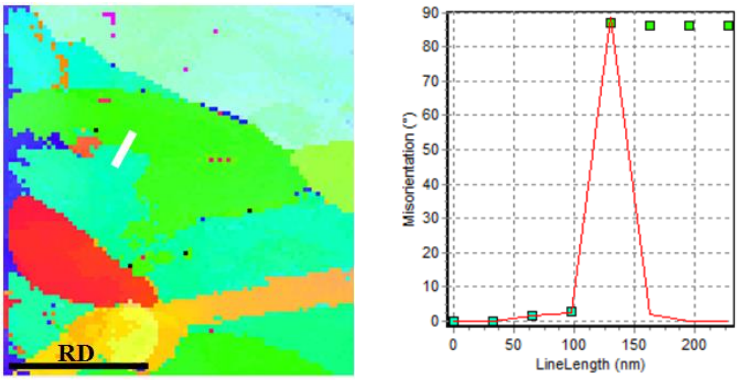


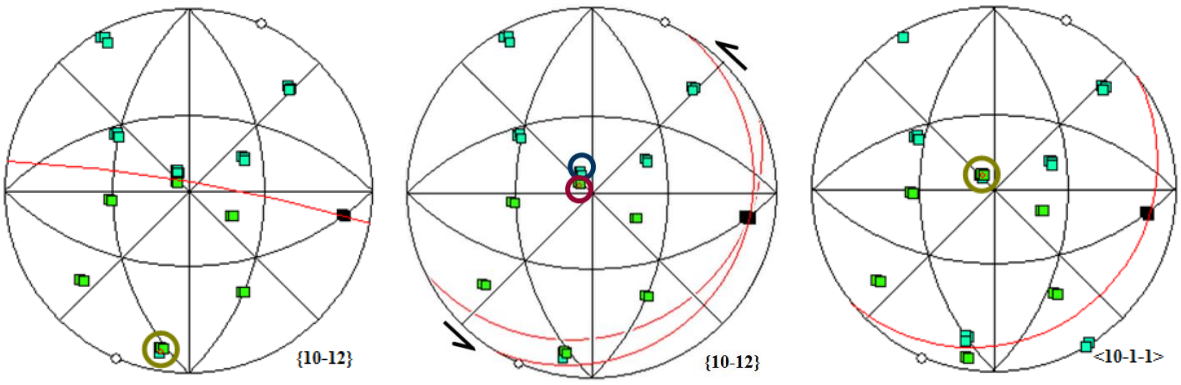
Macle D : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 82° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -10° de RD



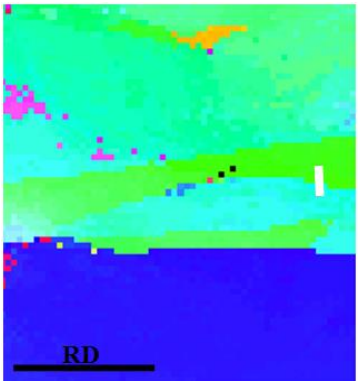


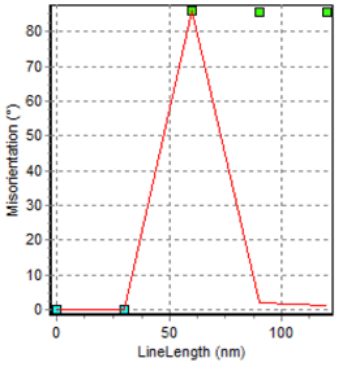
Macle E : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 87° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 10° de RD

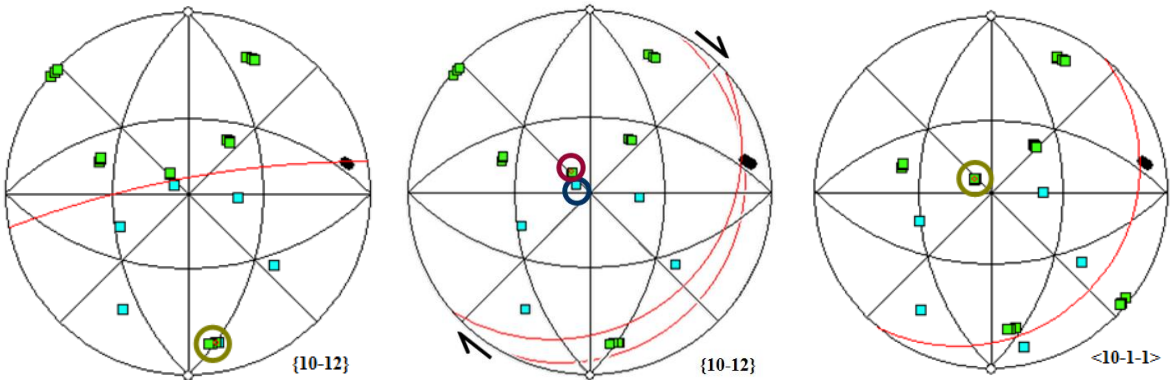




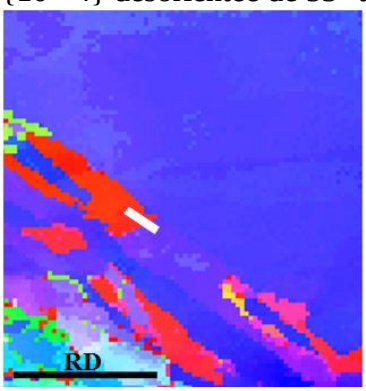
Macle F : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -10° de RD

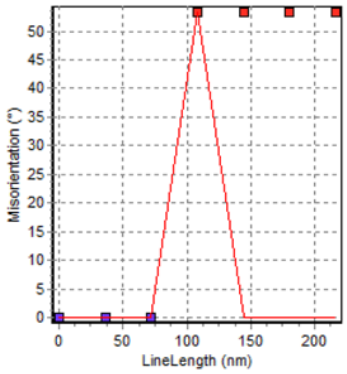


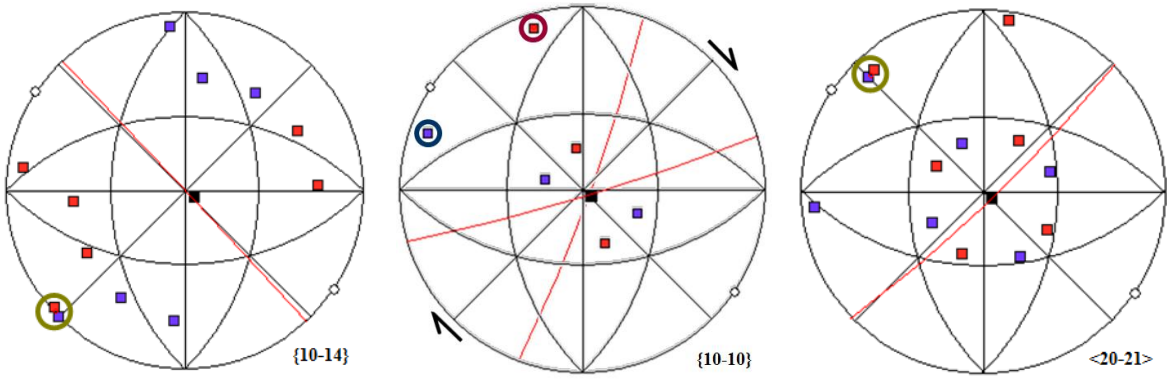




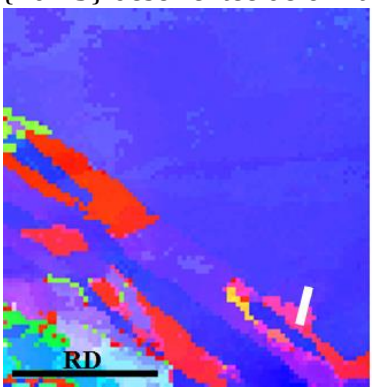
Macle G : macle $\{10\bar{1}4\}$ désorientée de 53° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 48° de RD

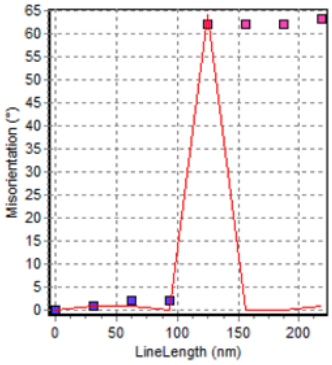


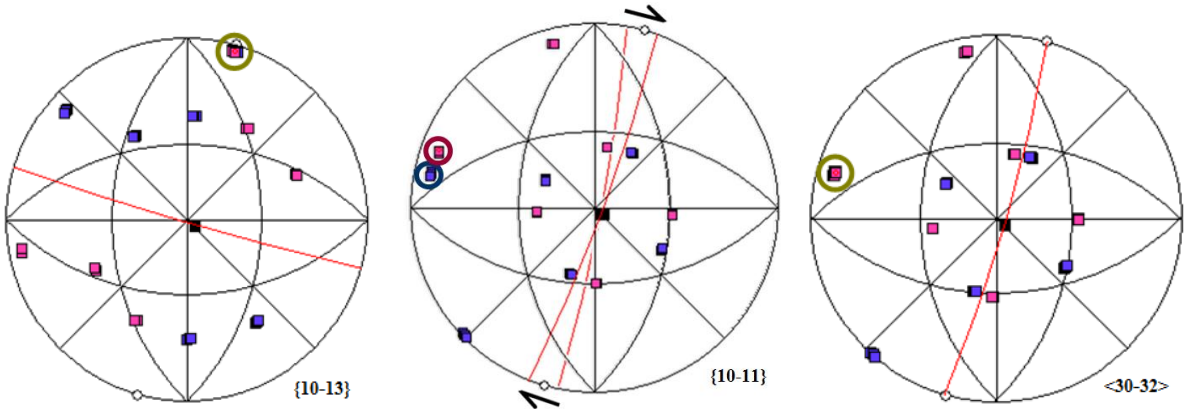




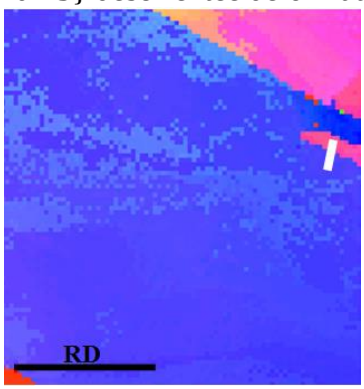
Macle H : macle $\{10\bar{1}3\}$ désorientée de 64° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 16° de RD

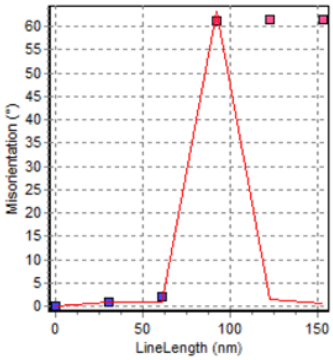


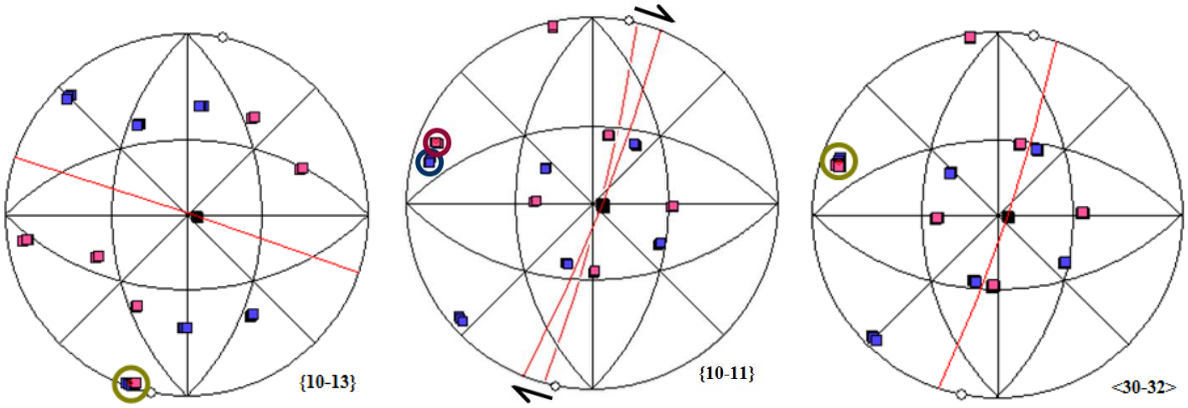




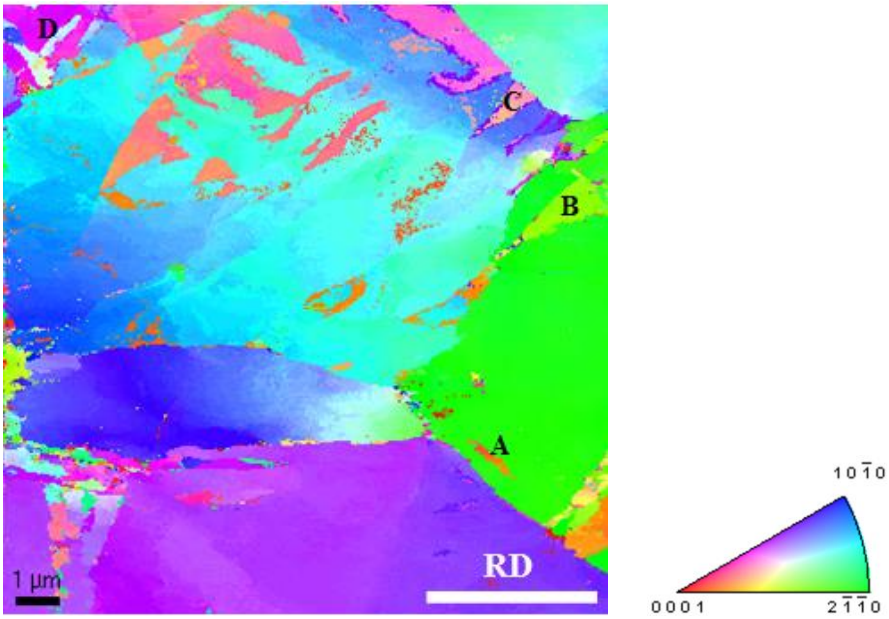
Macle I : macle $\{10\bar{1}3\}$ désorientée de 64° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 18° de RD



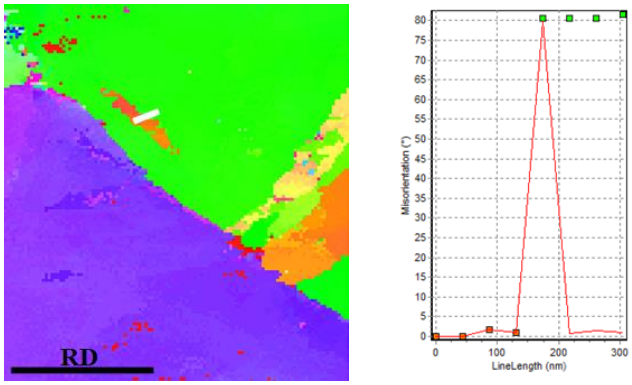


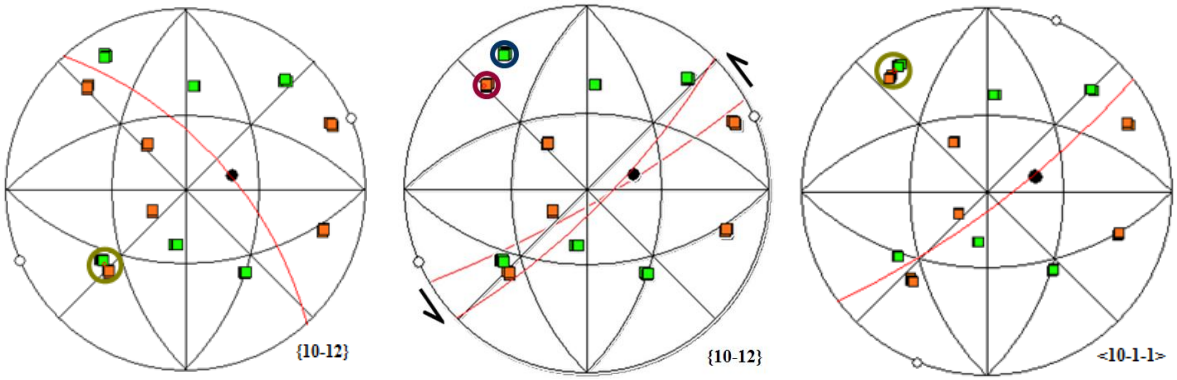


4ème cartographie

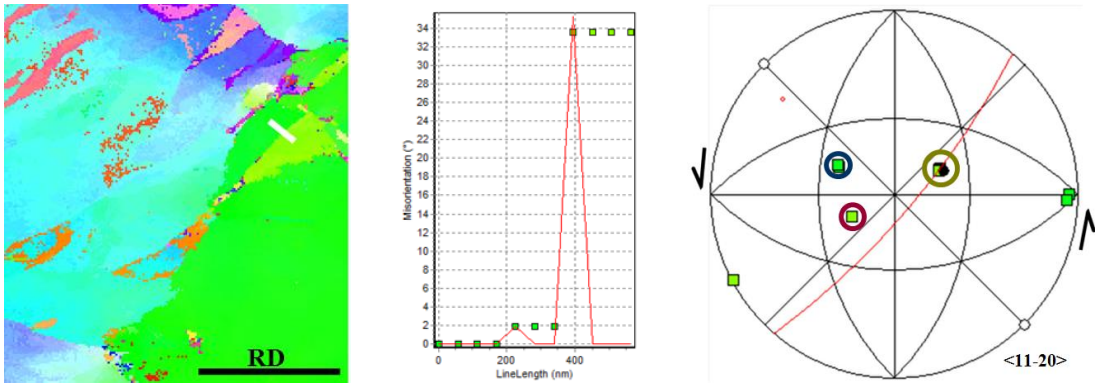


Macle A : macle {10$\bar{1}$2} désorientée de 81° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à 48° de RD

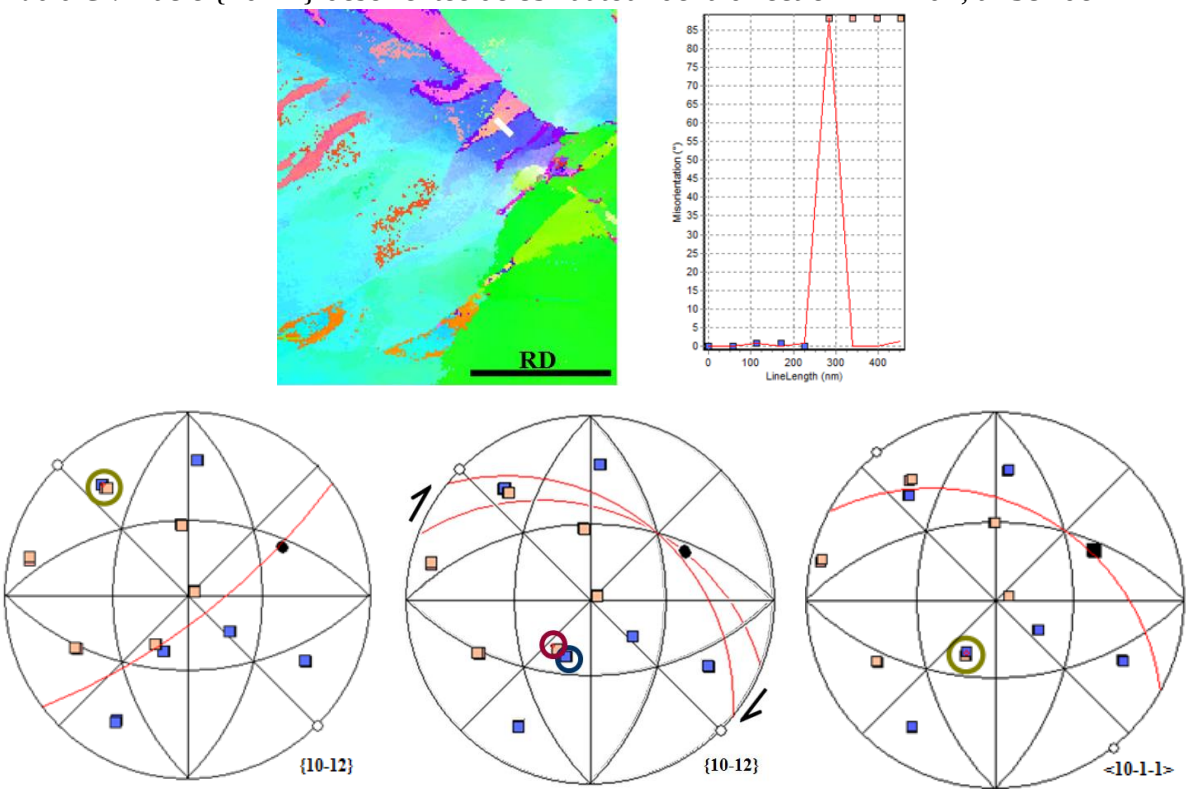




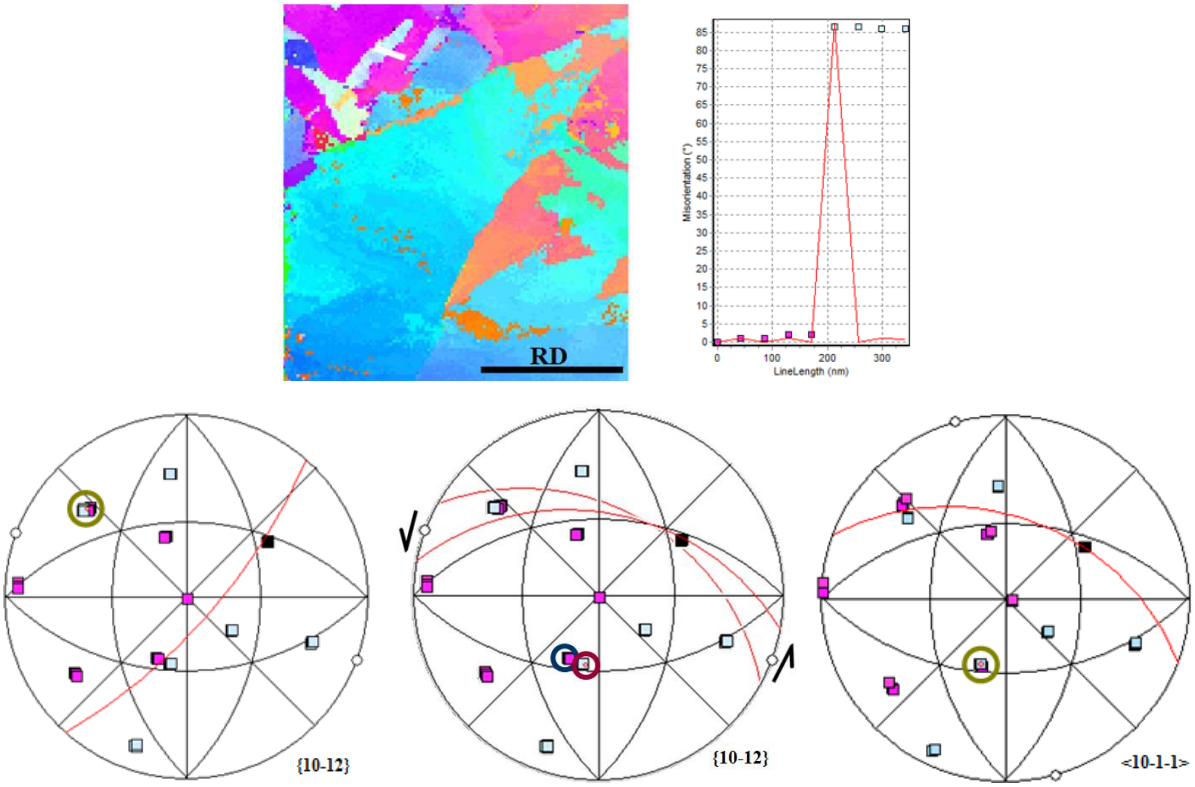
Macle B : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 33° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -52° de RD



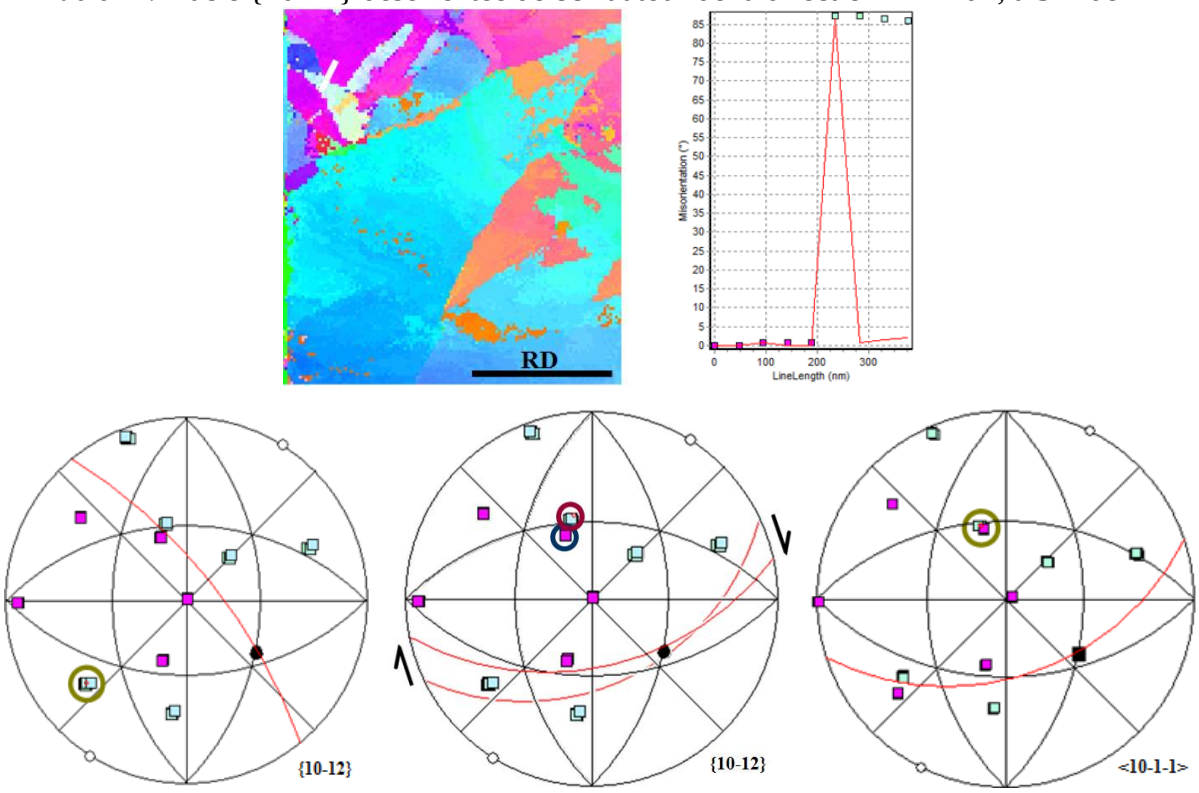
Macle C : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 89° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -38° de RD



Macle D : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 87° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -49° de RD

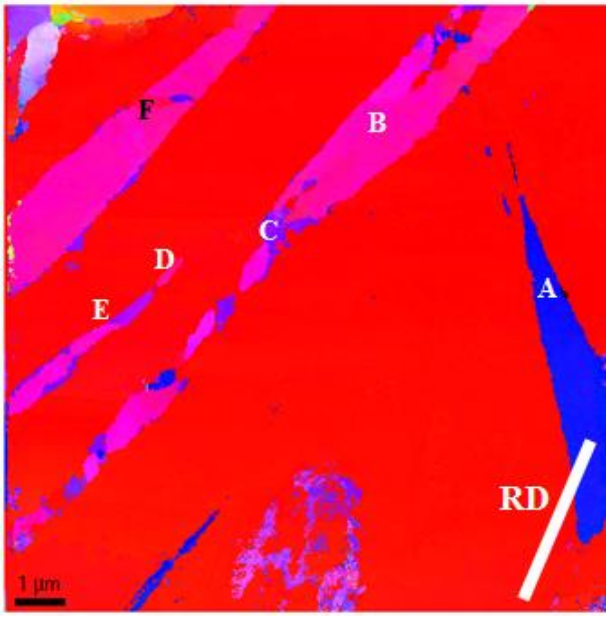


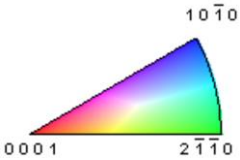
Macle E : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 88° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 51° de RD



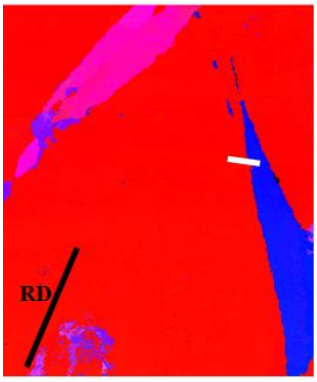
2ème séance MET

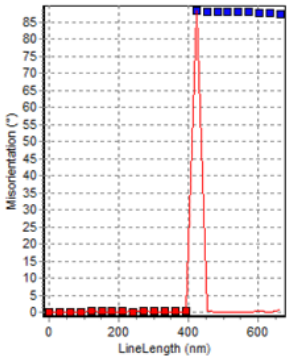
1ère cartographie

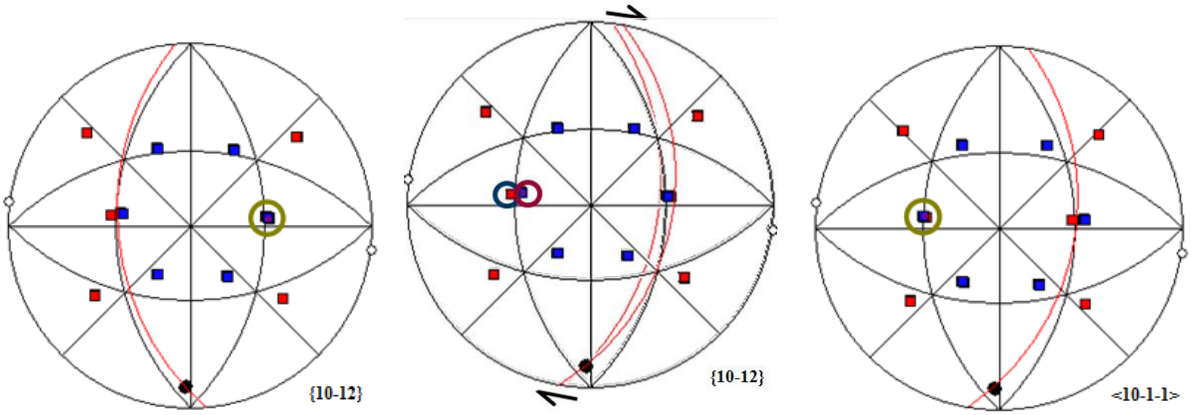




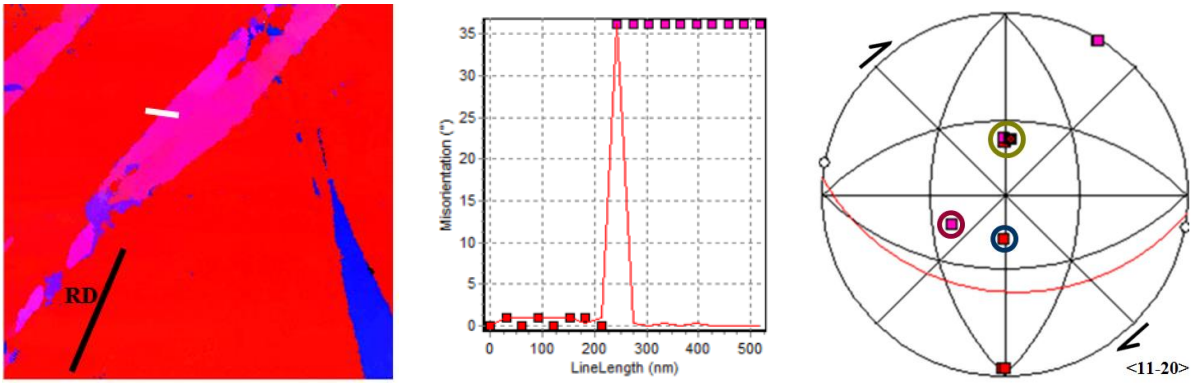
Macle A : macle {10$\bar{1}$2} désorientée de 88° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -31° de RD



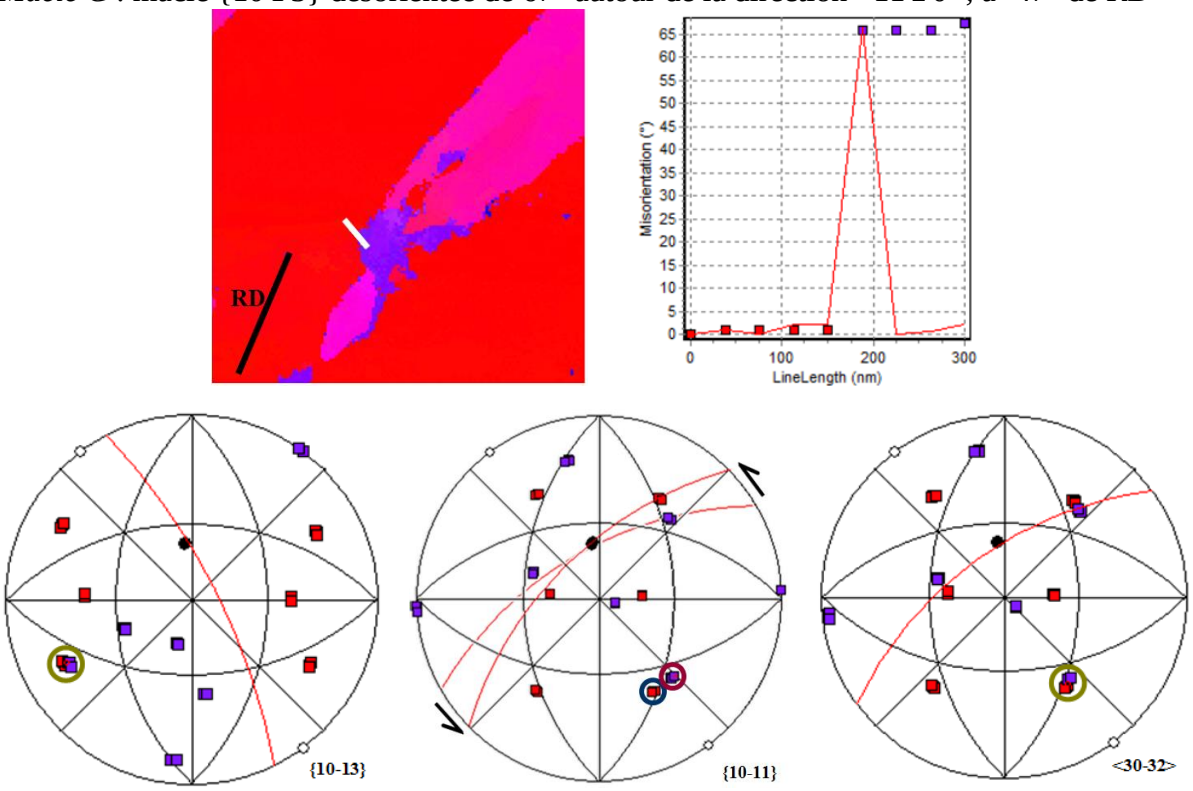




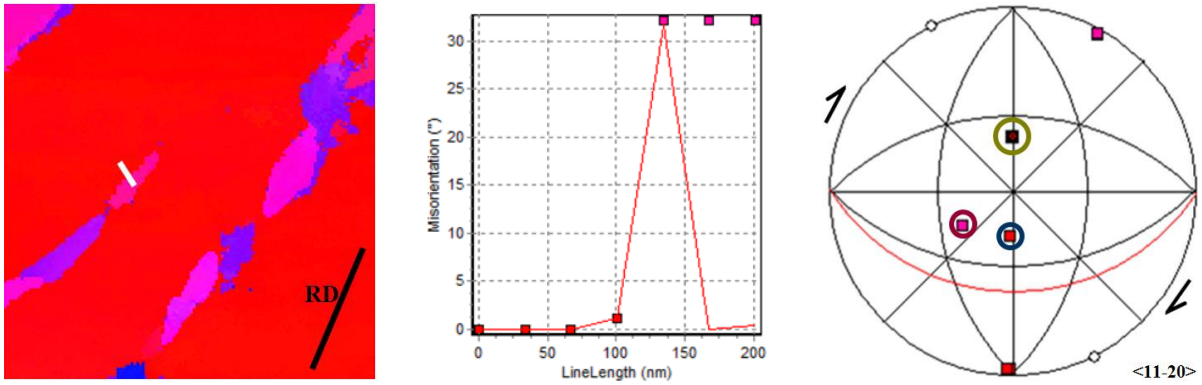
Macle B : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 35° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -37° de RD



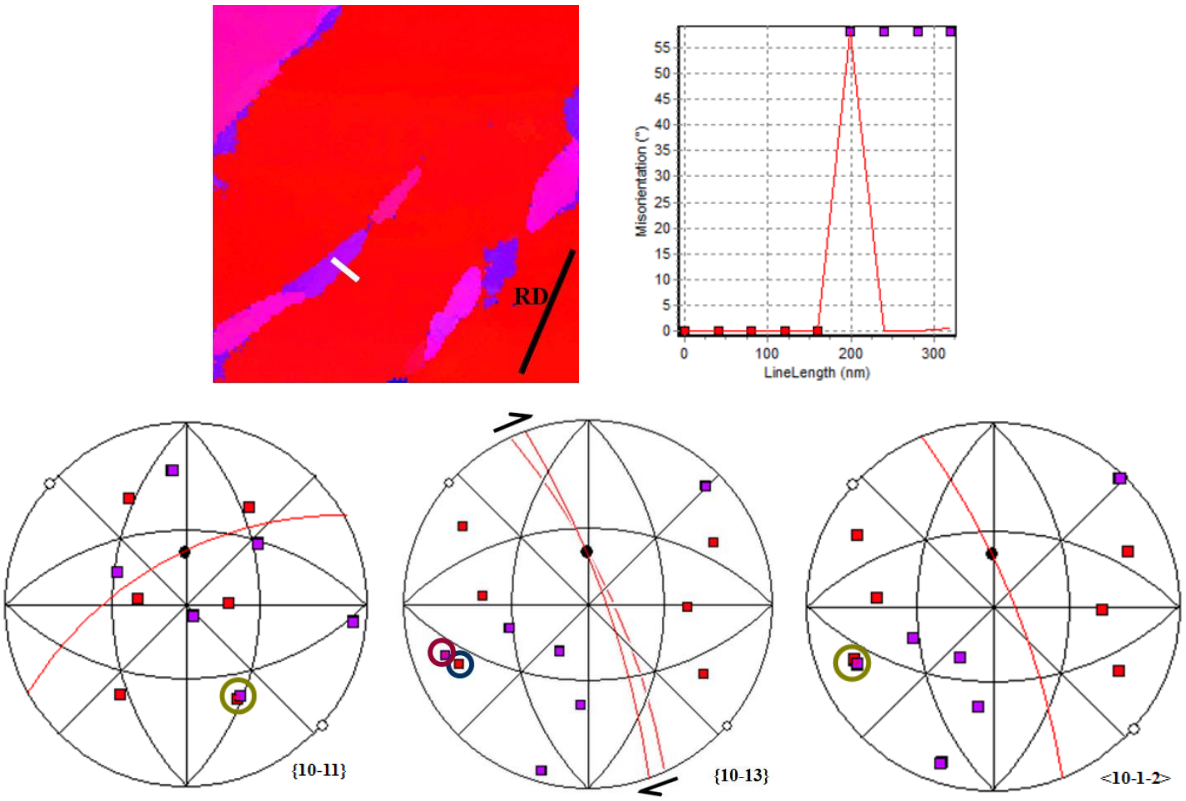
Macle C : macle $\{10\bar{1}3\}$ désorientée de 67° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -47° de RD



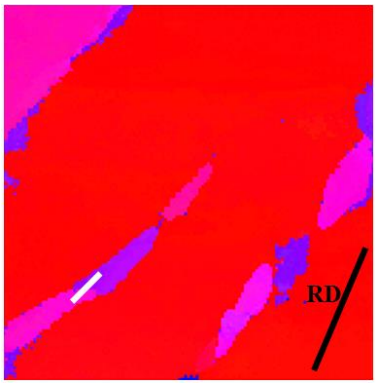
Macle D : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 38° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 32° de RD

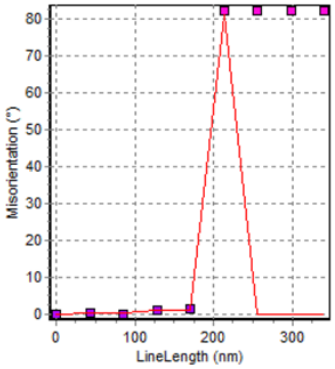


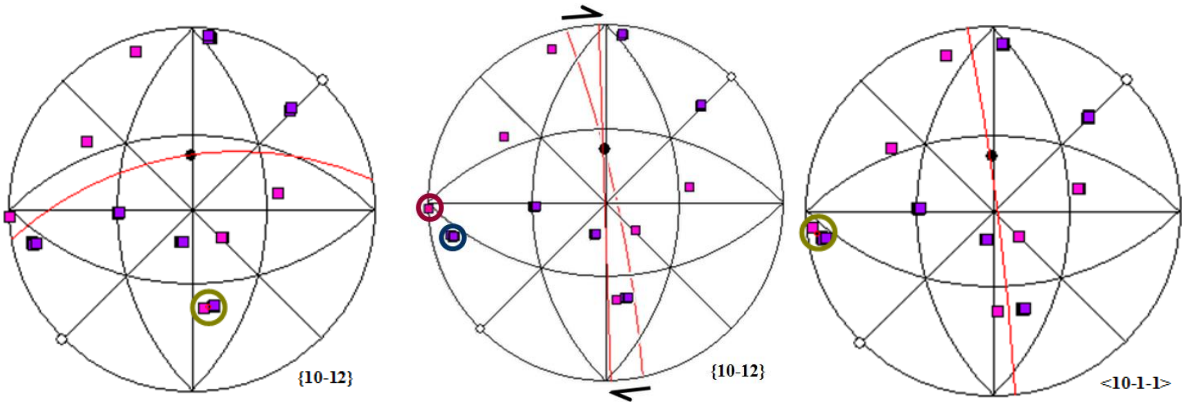
Macle E_1 : macle primaire $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 58° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 39° de RD



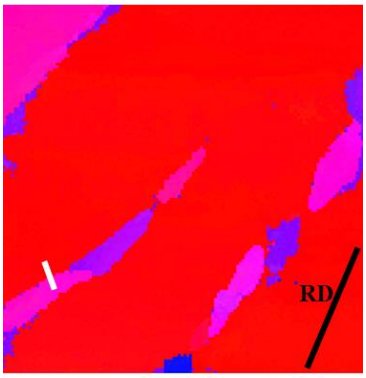
Macle E_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 84° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 57° de RD

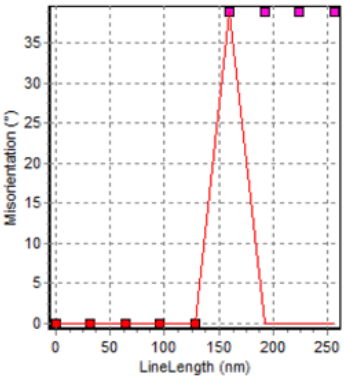


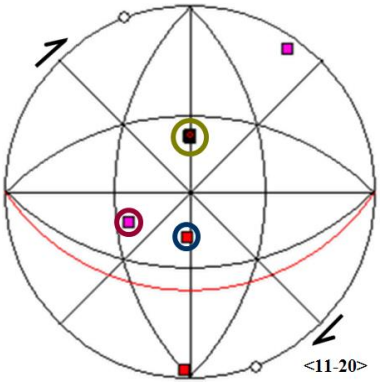




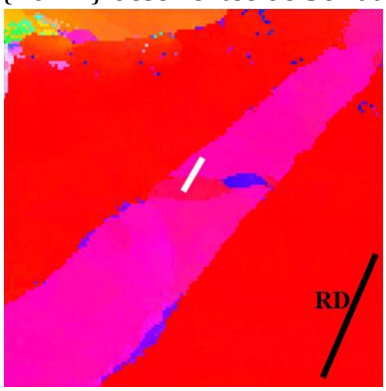
Macle E_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 39° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 37° de RD

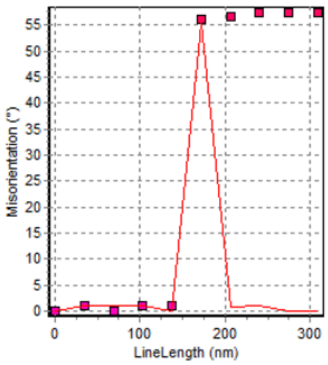


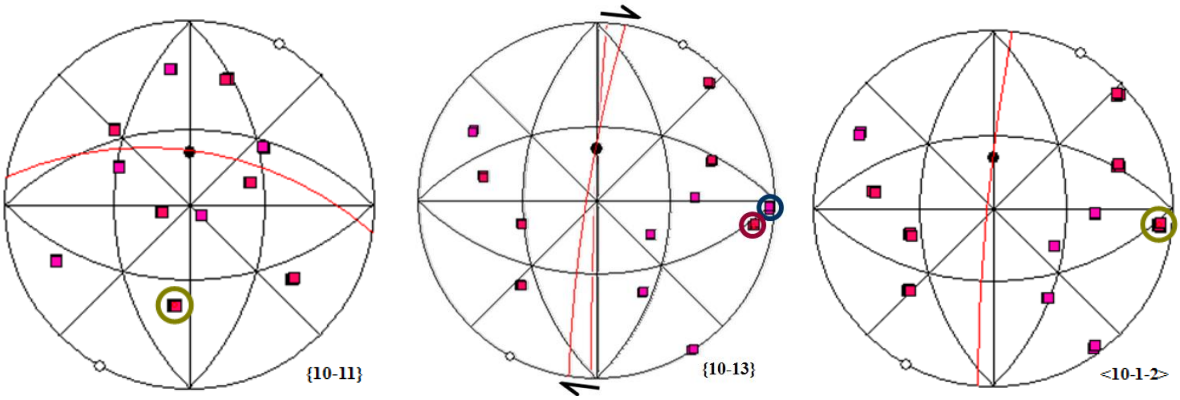




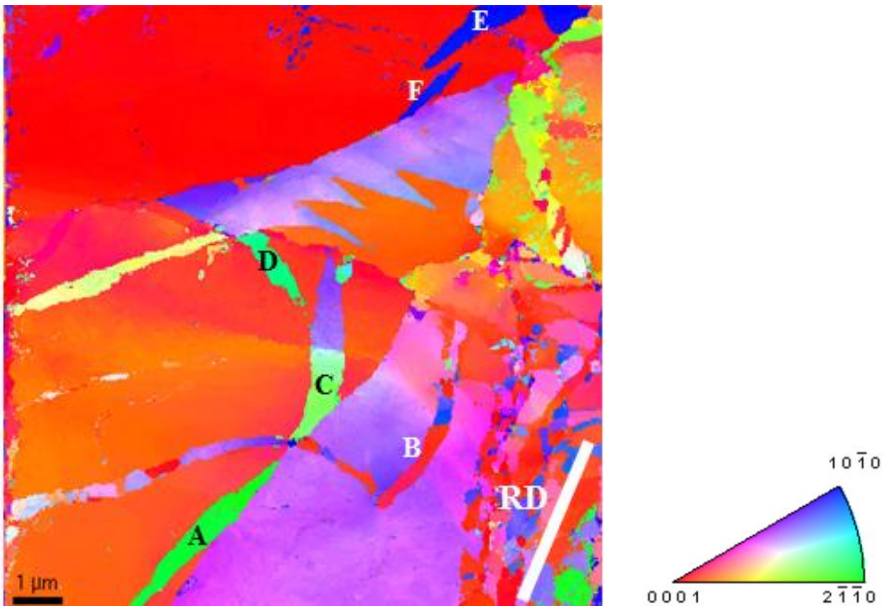
Macle F : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 56° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 76° de RD



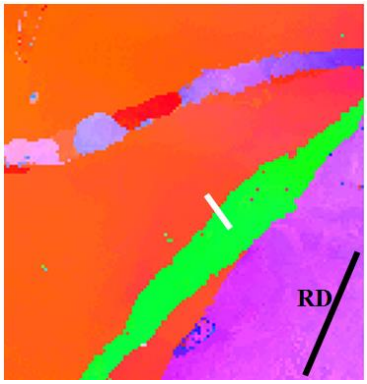


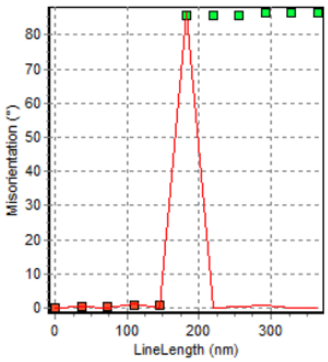


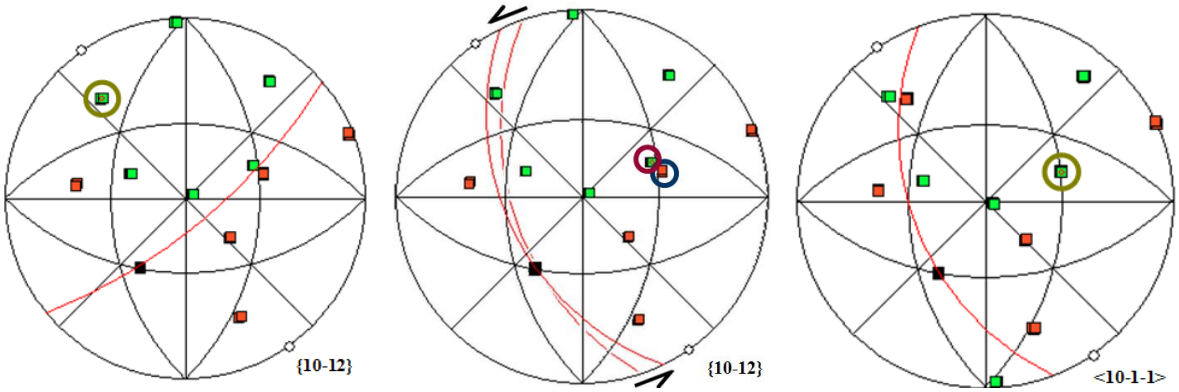
2ème cartographie



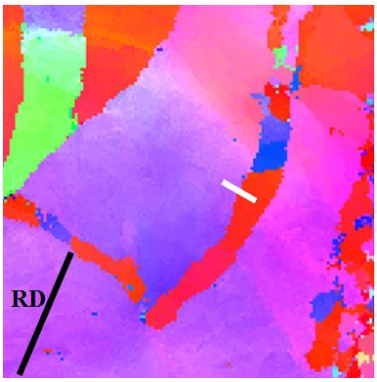
Macle A : macle {10$\bar{1}$2} désorientée de 86° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à 27° de RD

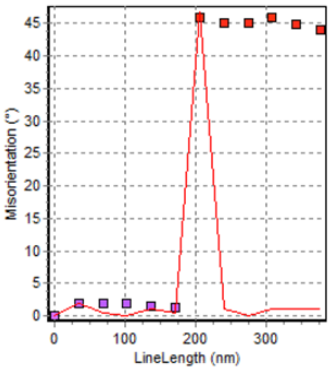


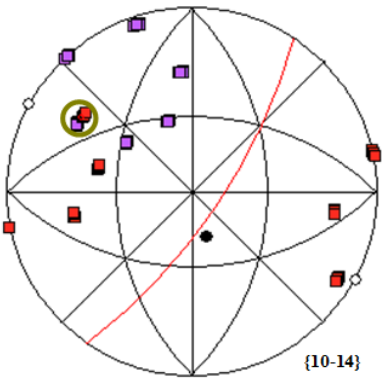


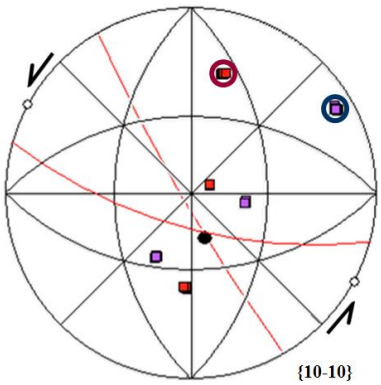


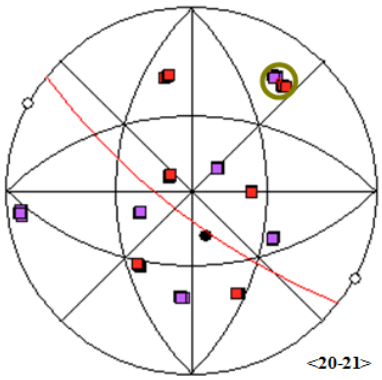
Macle B : macle $\{10\bar{1}4\}$ désorientée de 47° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 10° de RD



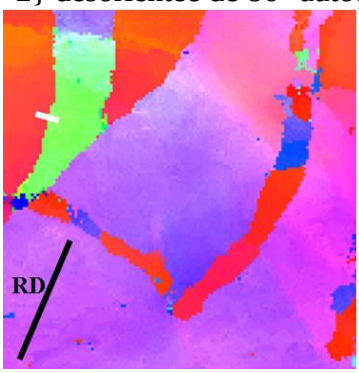


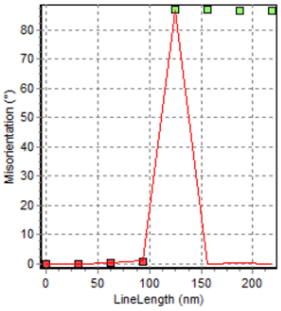


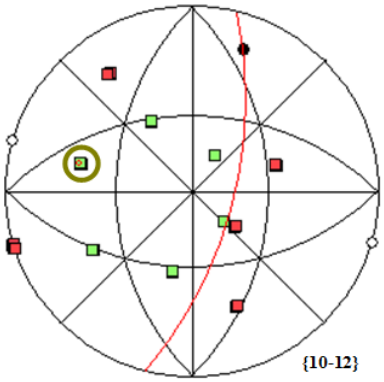


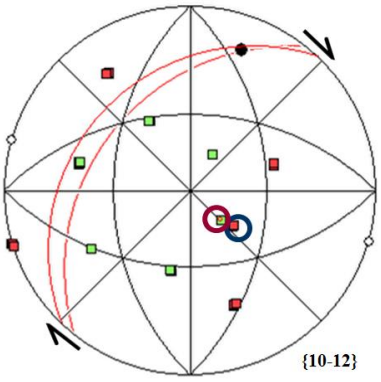


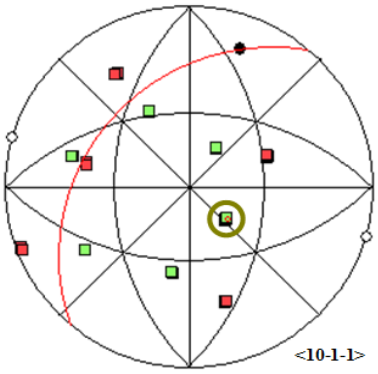
Macle C : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -9° de RD



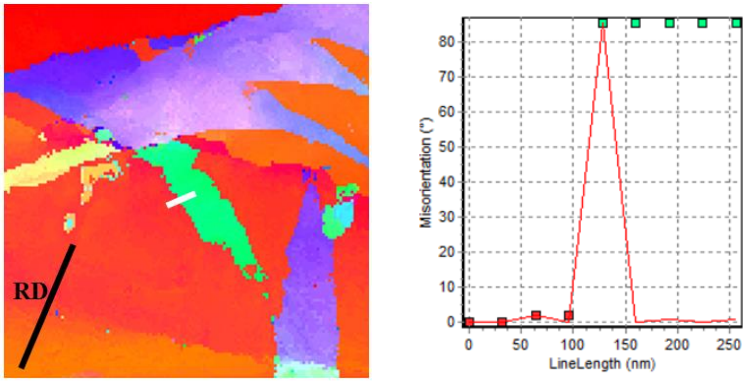


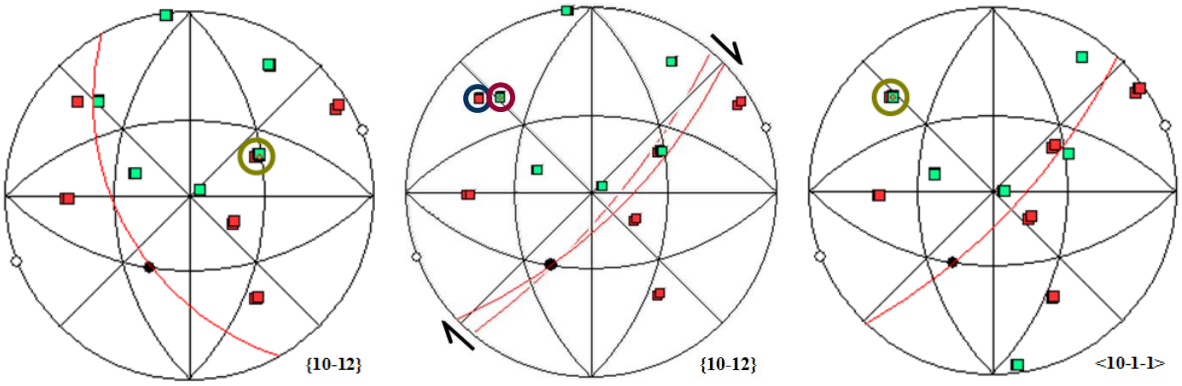




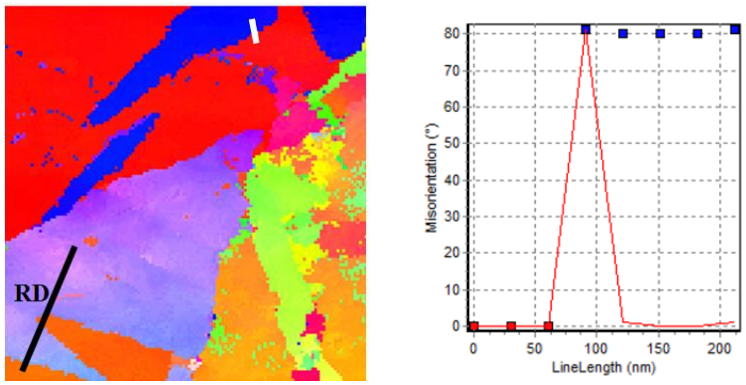


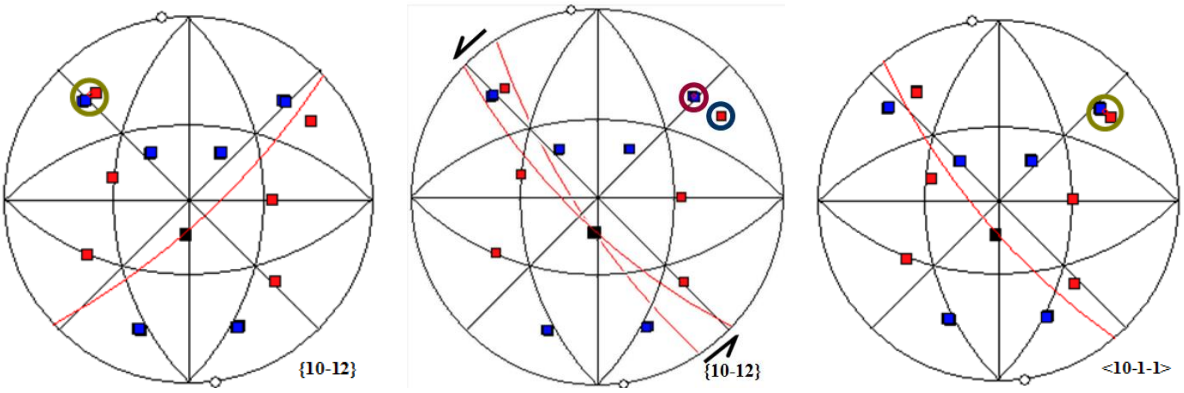
Macle D : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -56° de RD



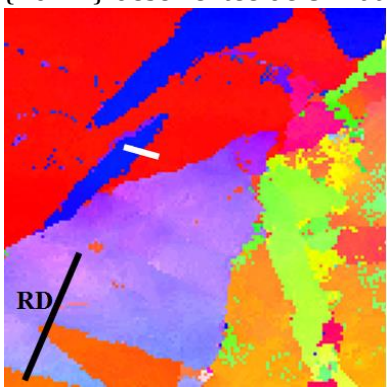


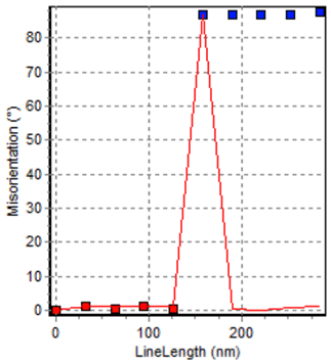
Macle E : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 82° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 24° de RD

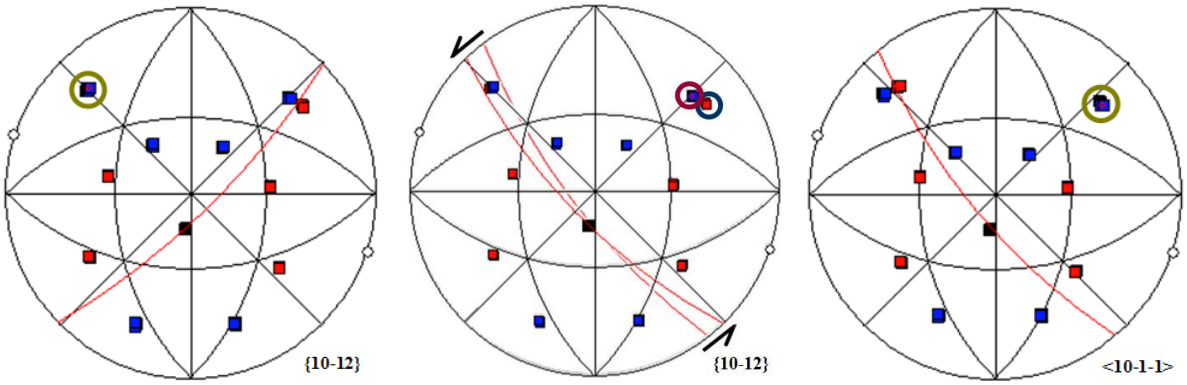




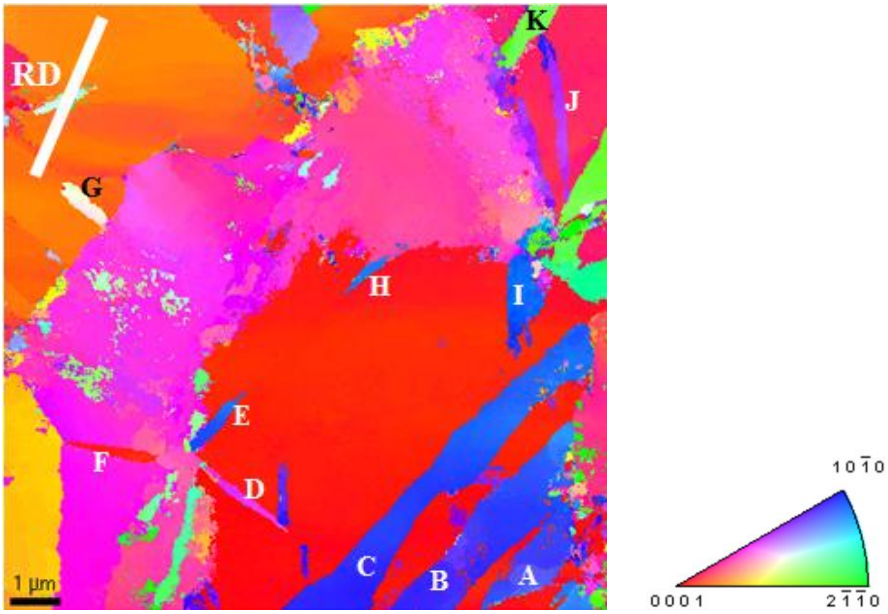
Macle F : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 87° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 22° de RD



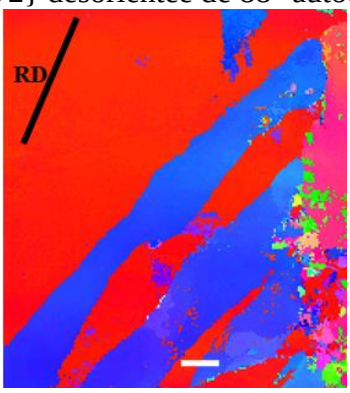


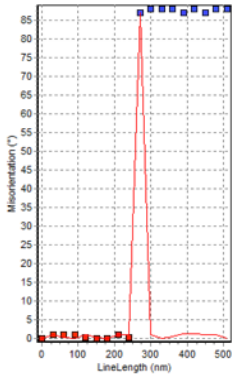


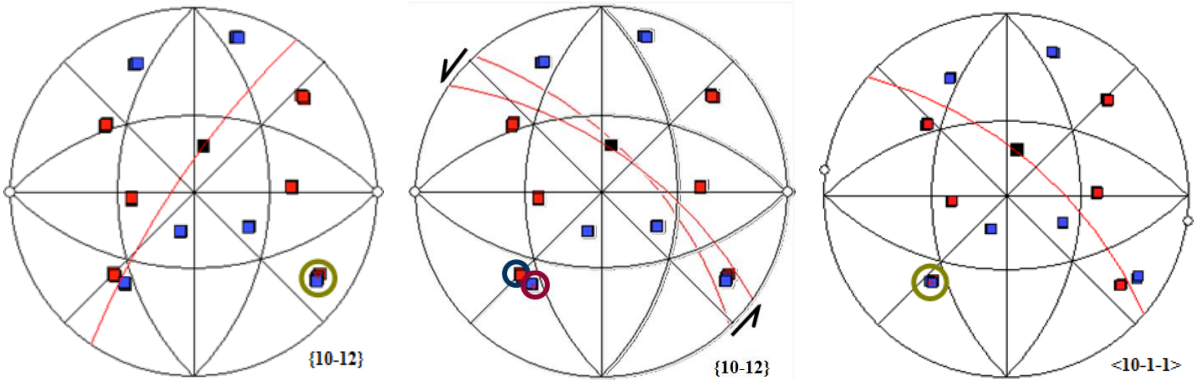
3ème cartographie



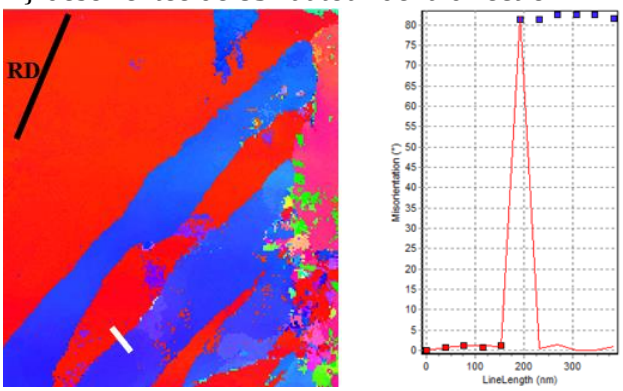
Macle A : macle {10$\bar{1}$2} désorientée de 88° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à 11° de RD

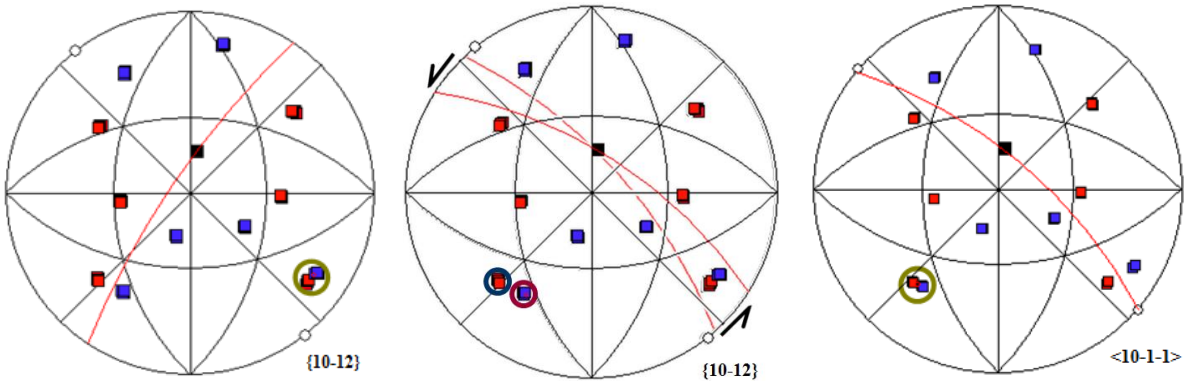




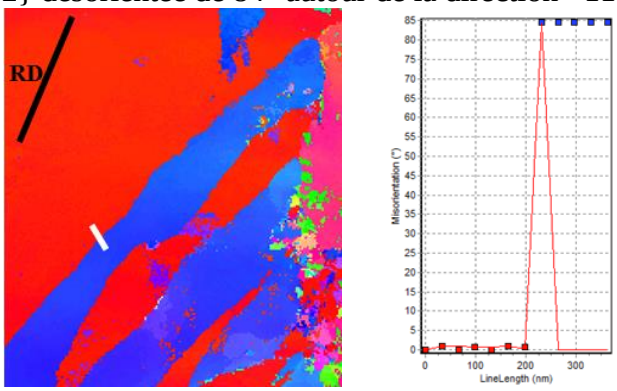


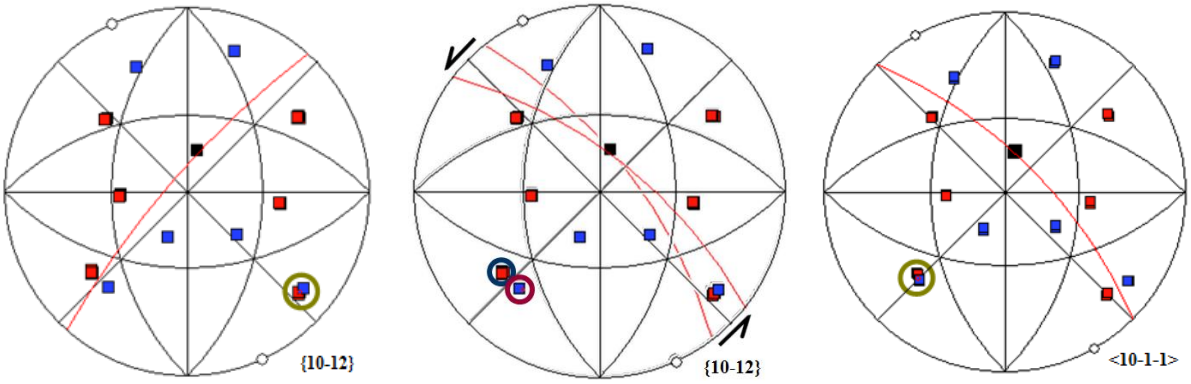
Macle B : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 83° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 12° de RD



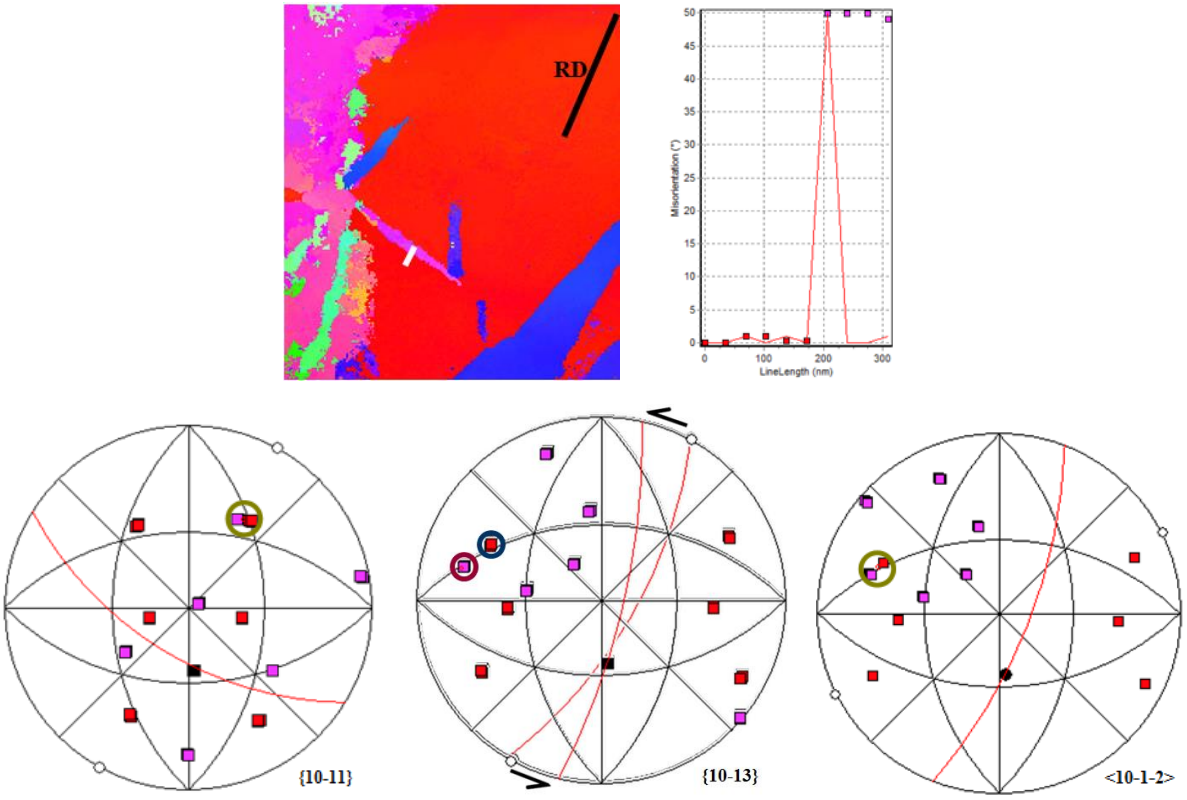


Macle C : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 84° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 19° de RD

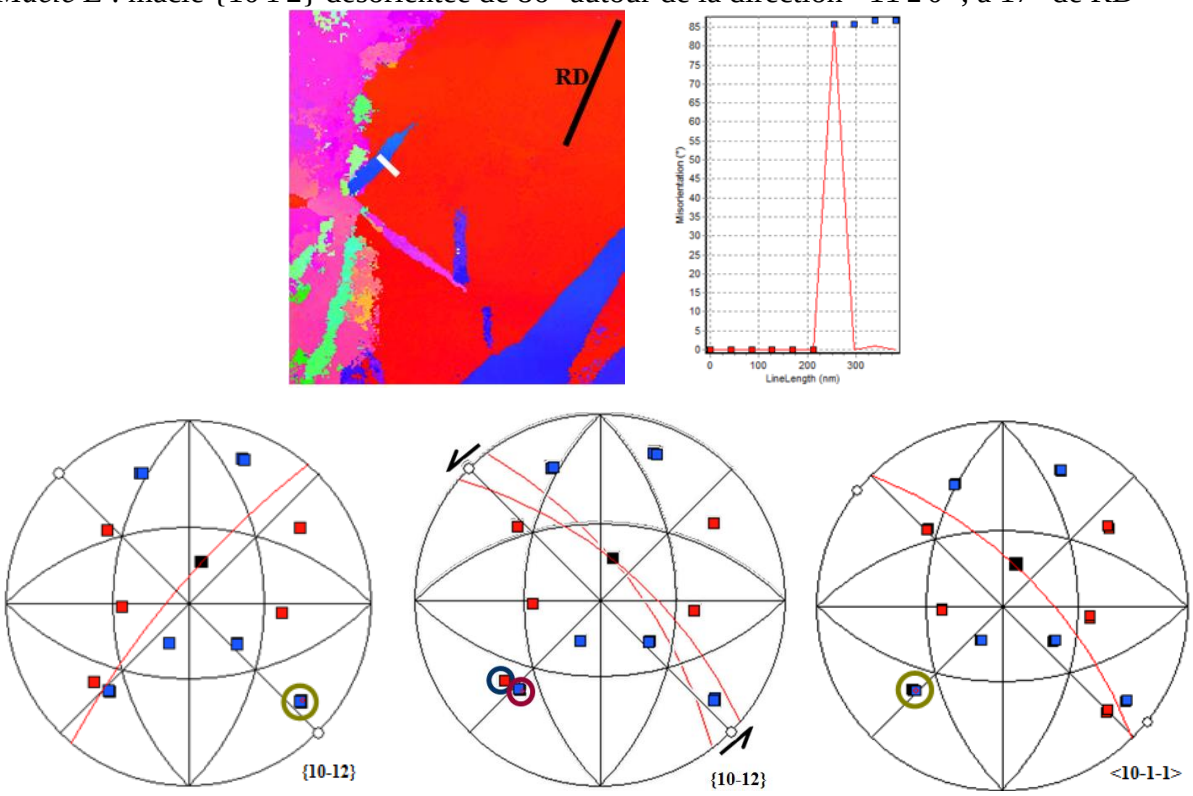




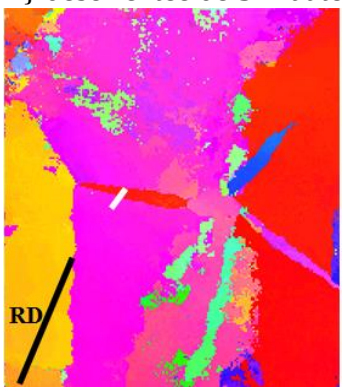
Macle D : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 50° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -81° de RD

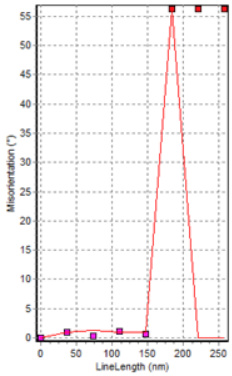


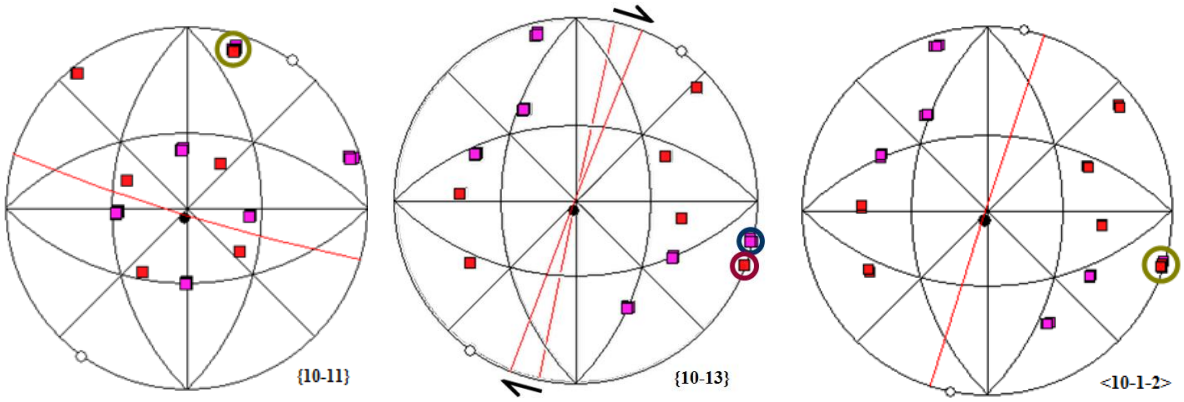
Macle E : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 17° de RD



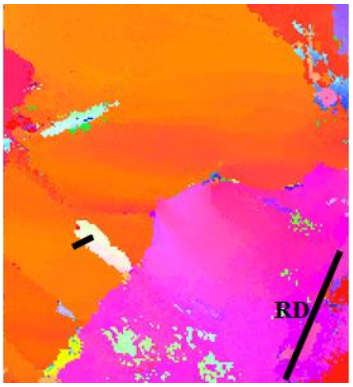
Macle F : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 57° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 83° de RD

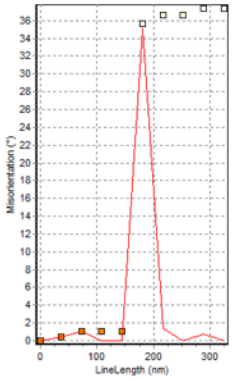


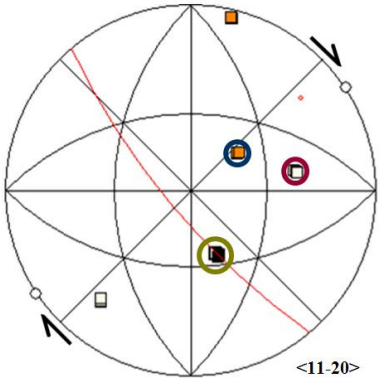




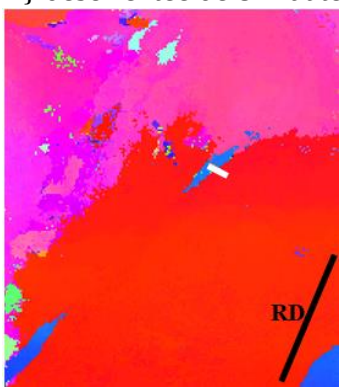
Macle G : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 37° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -60° de RD

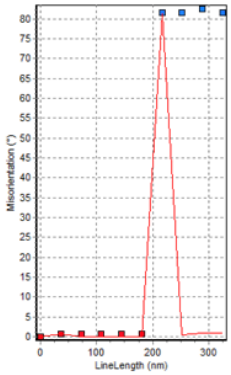


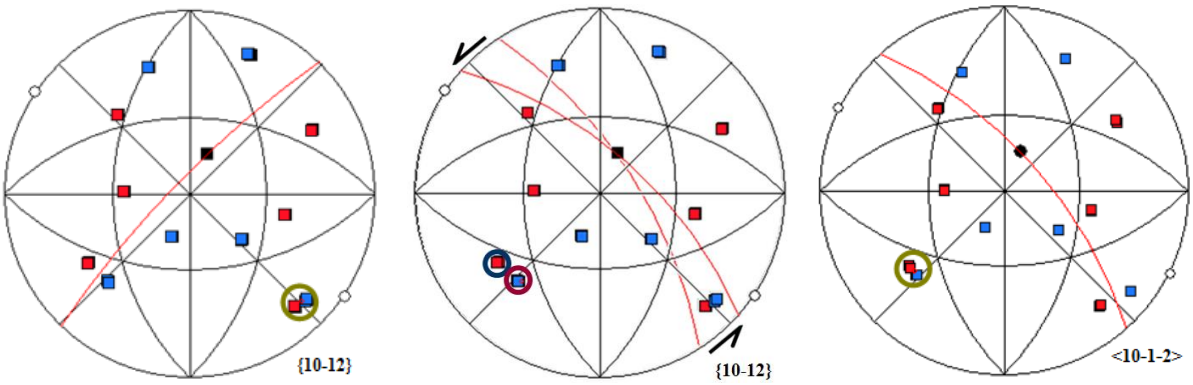




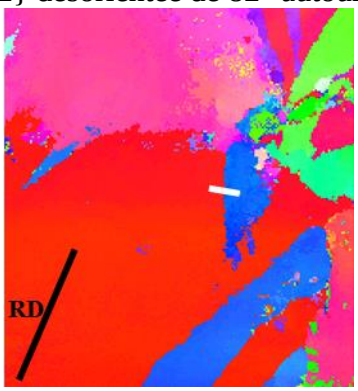
Macle H : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 82° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 21° de RD

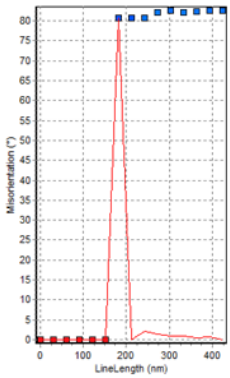


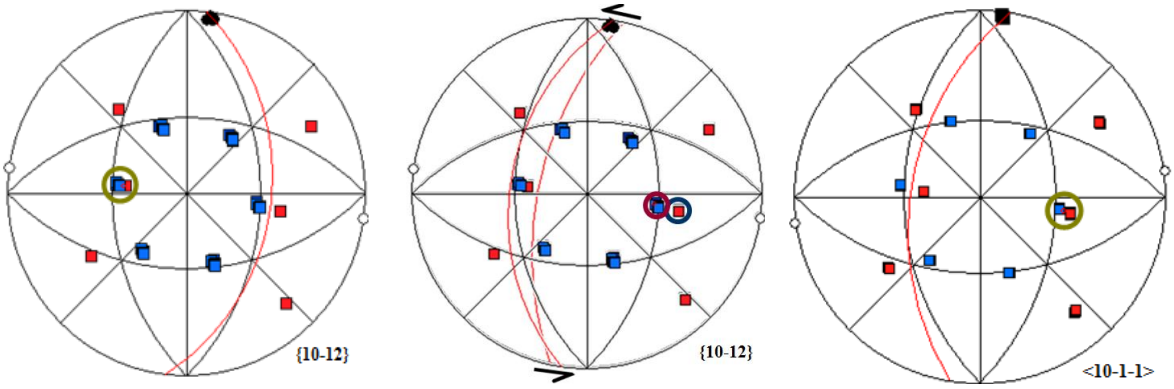




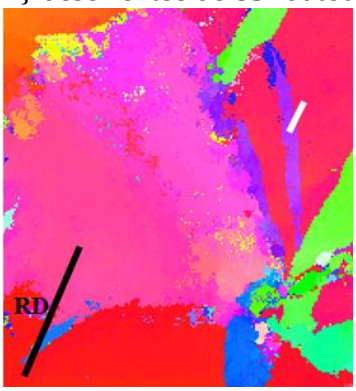
Macle I : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 82° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -17° de RD

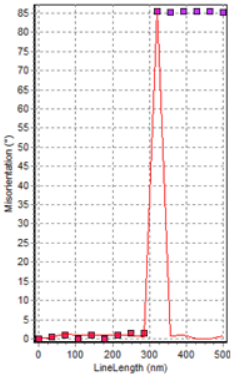


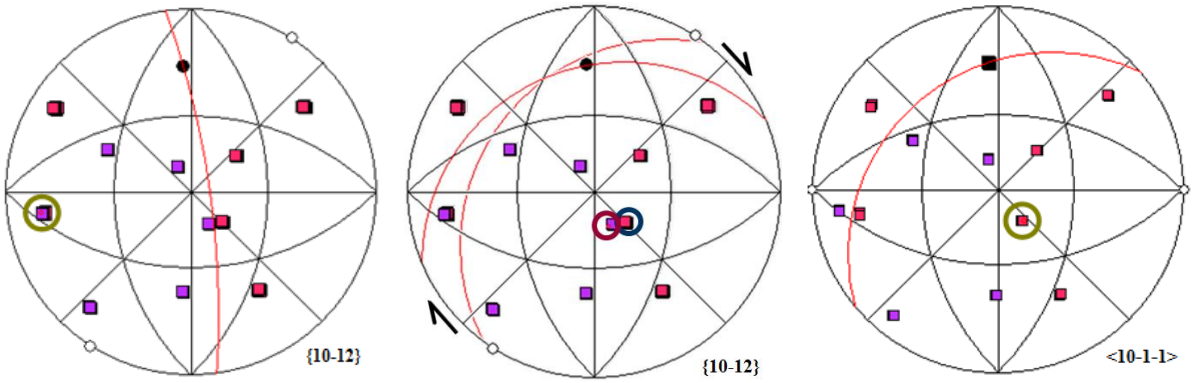




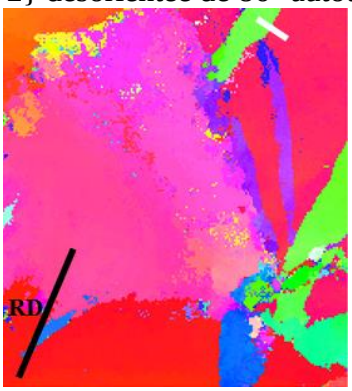
Macle J : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 85° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -30° de RD

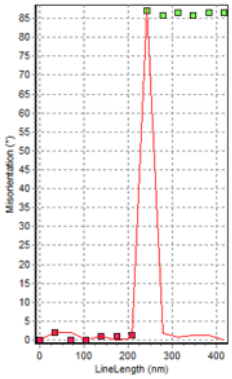


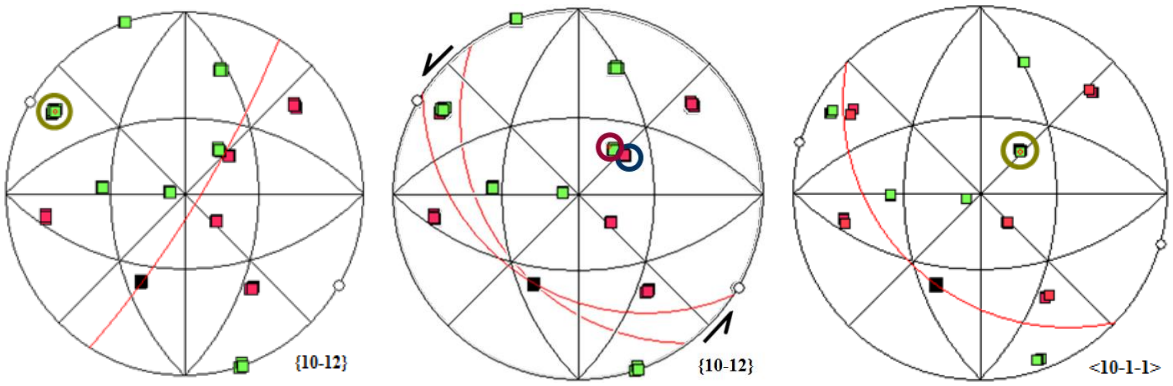




Macle K : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 9° de RD





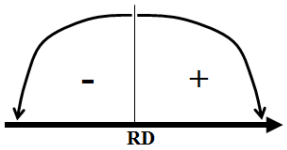


ANNEXE B

Etude des macles en laminage asymétrique

Toutes les cartographies ont été réalisées sur la rive de l'échantillon.

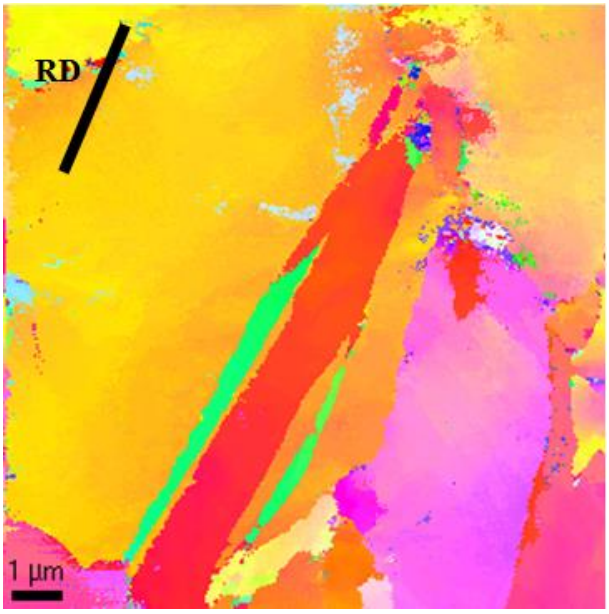
L'orientation des macles par rapport à la direction de laminage sont données avec un angle positif ou un angle négatif selon le code suivant :

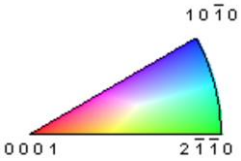


Chaque cartographie est donnée avec le code de couleur adapté par rapport à la direction de laminage.
Chaque macle est préalablement identifiée sur les cartographies complètes.

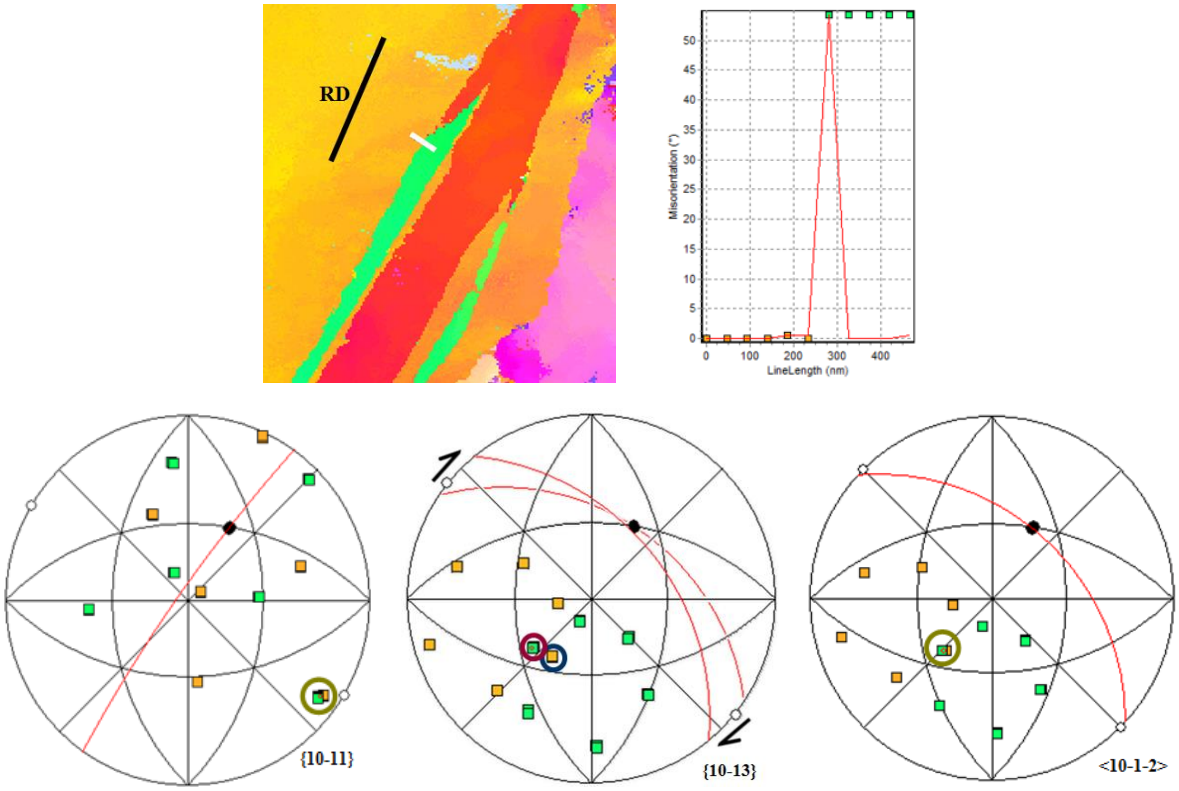
1ère séance MET

1ère cartographie

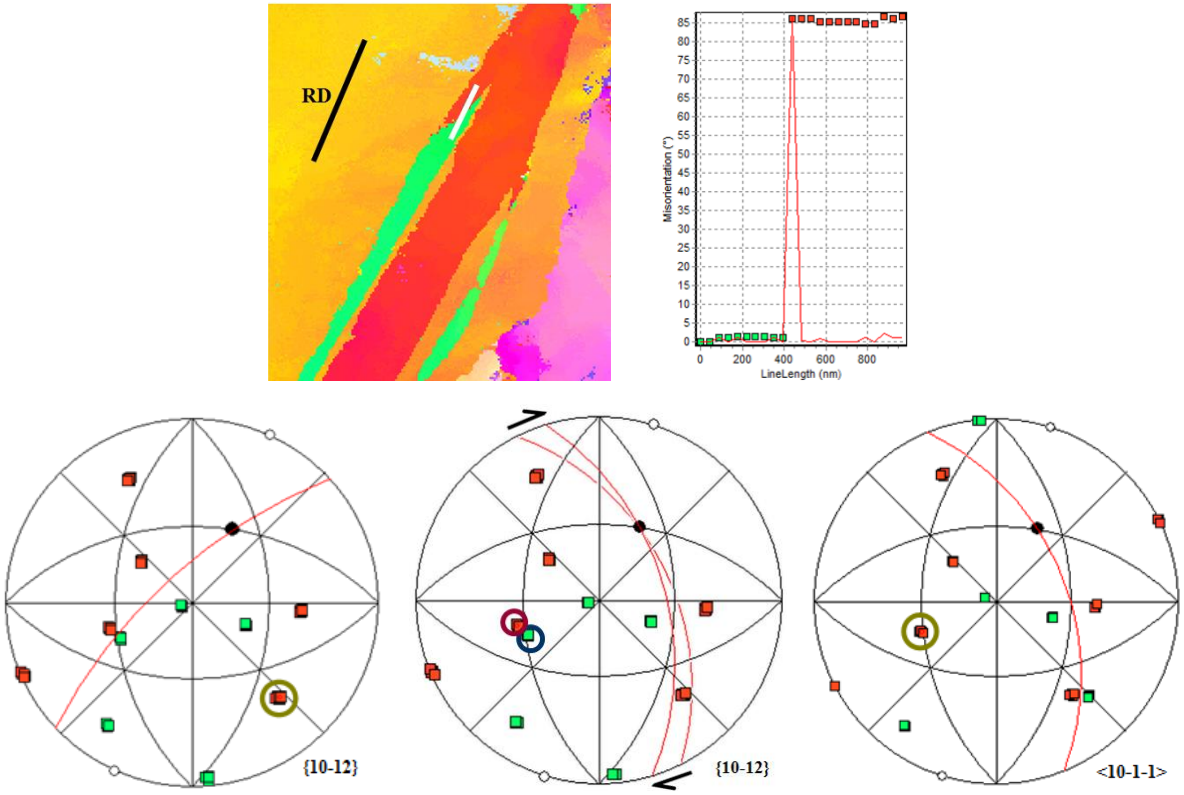




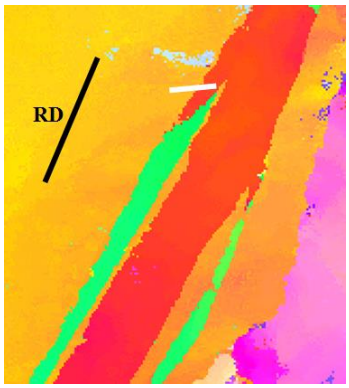
Macle A_1 : macle primaire $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 54° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 13° de RD

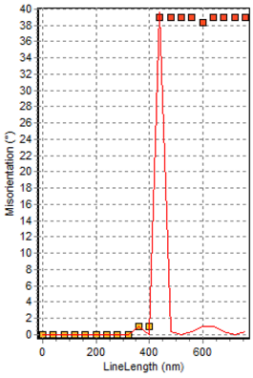


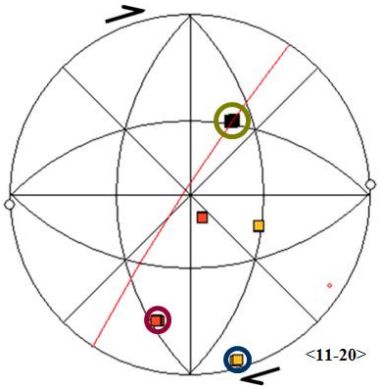
Macle A_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 24° de RD



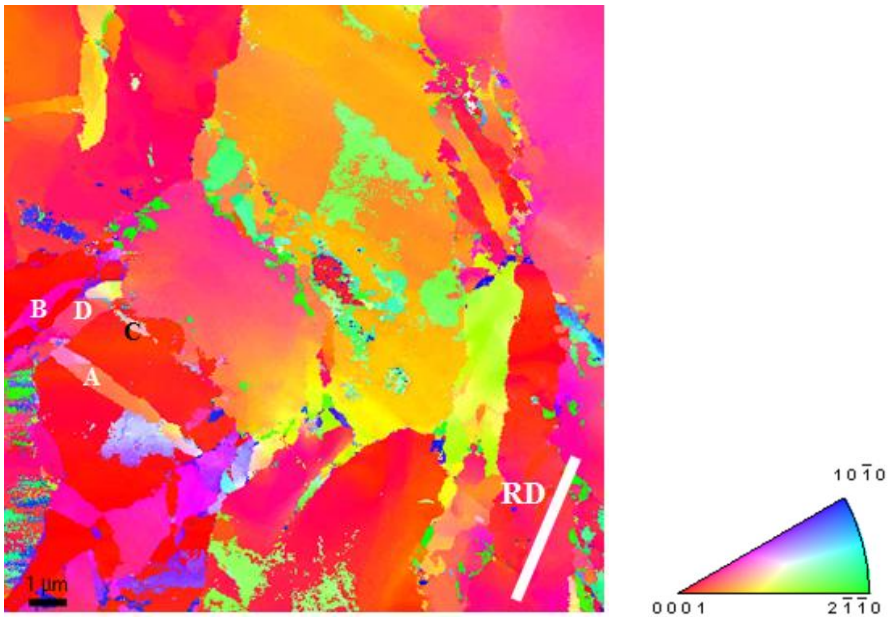
Macle A_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 39° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 13° de RD



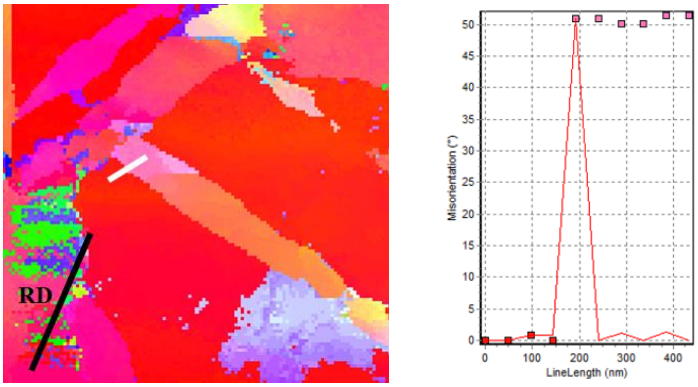


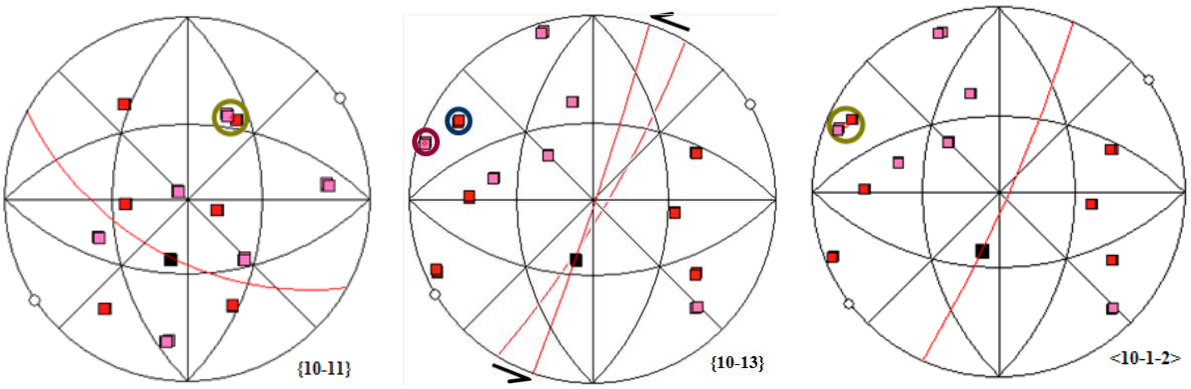


2ème cartographie

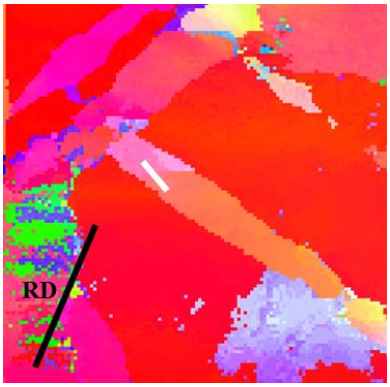


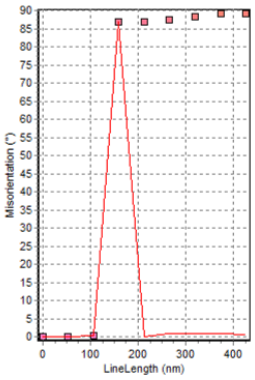
Macle A_1 : macle primaire {10$\bar{1}$1} désorientée de 52° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -83° de RD

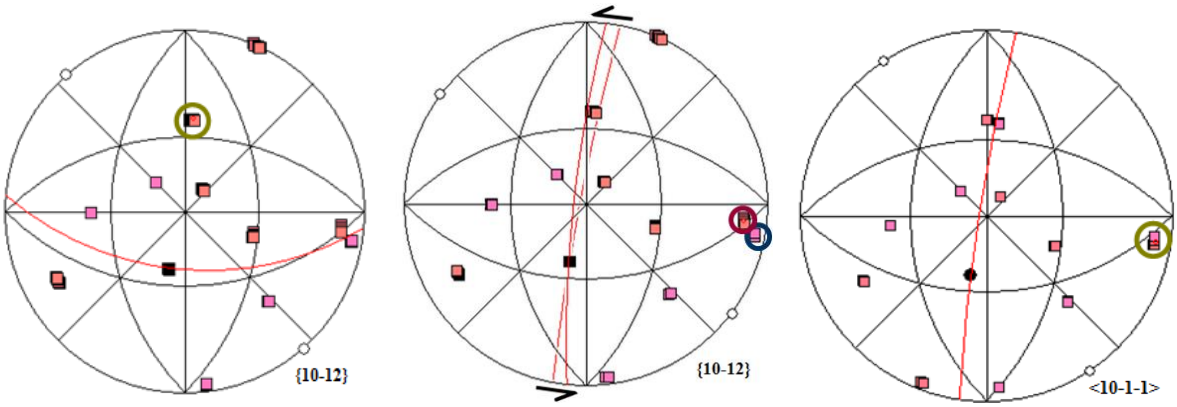




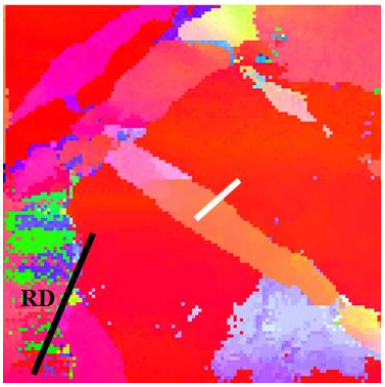
Macle A_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 87° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 72° de RD

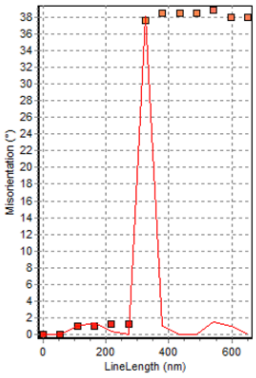


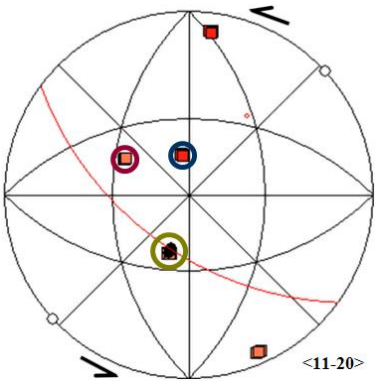




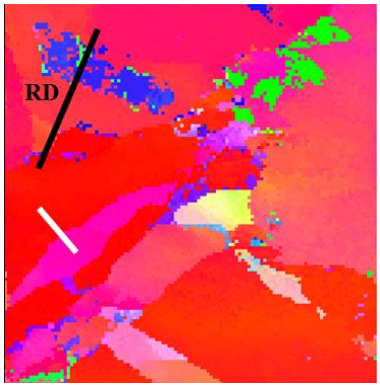
Macle A_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 39° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -83° de RD

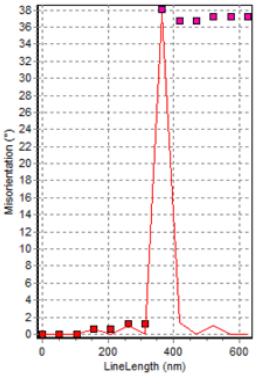


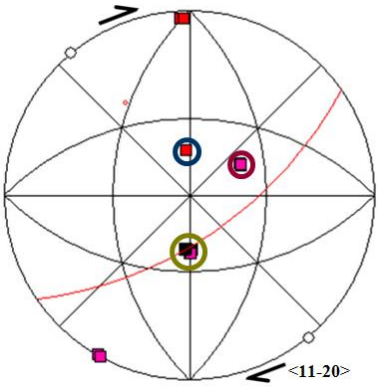




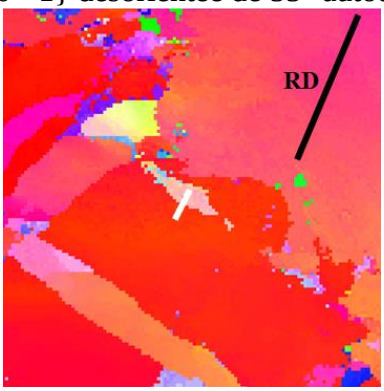
Macle B : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 37° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 32° de RD

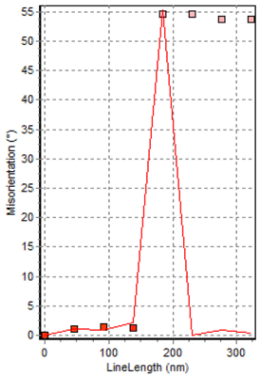


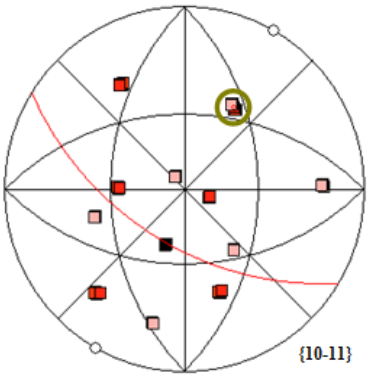


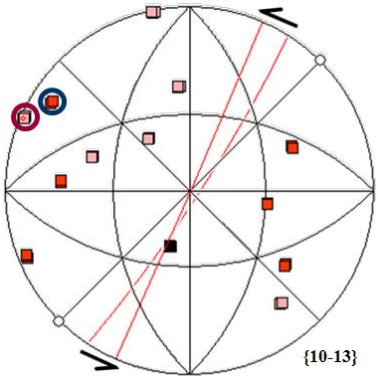


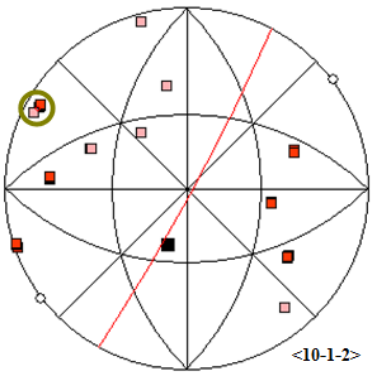
Macle C : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 55° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -83° de RD



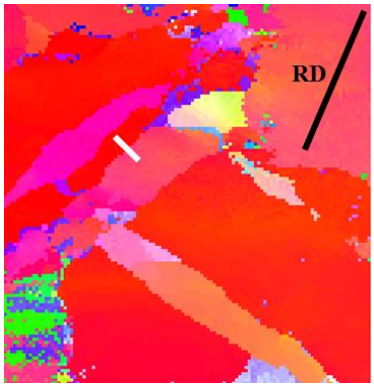


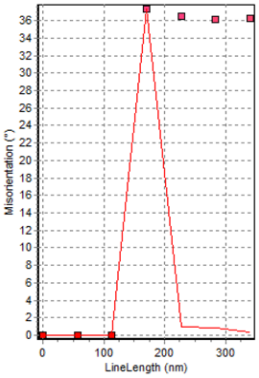


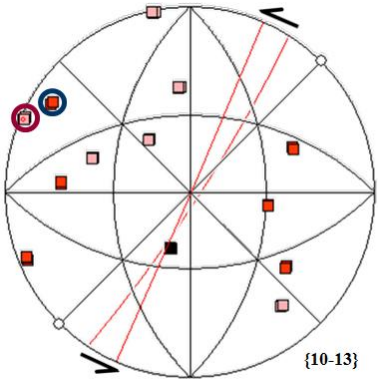




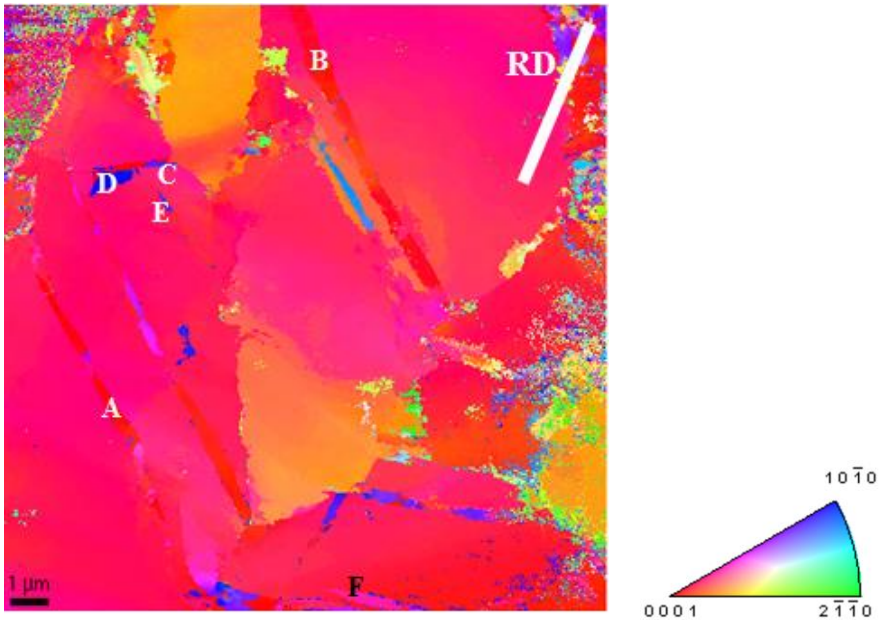
Macle D : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 37° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 33° de RD



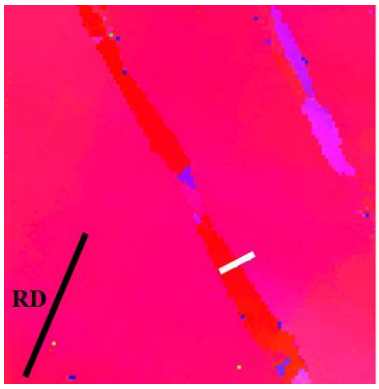


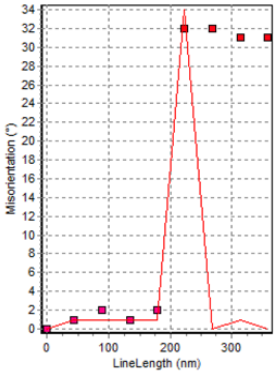


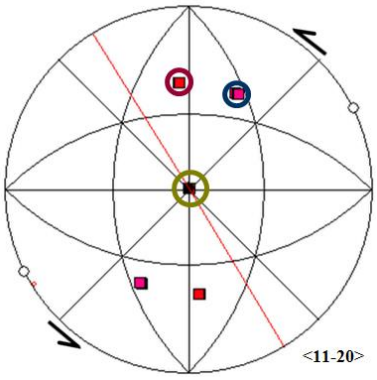
3ème cartographie



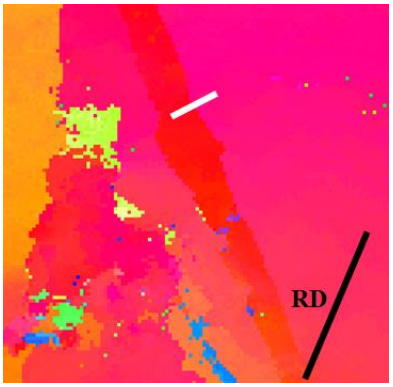
Macle A : double macle {10$\bar{1}$1}-{10$\bar{1}$2} désorienté de 32° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -56° de RD

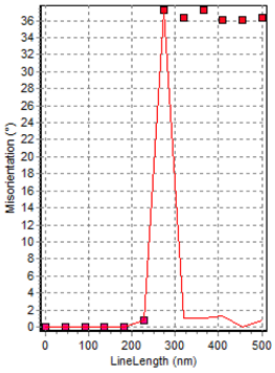


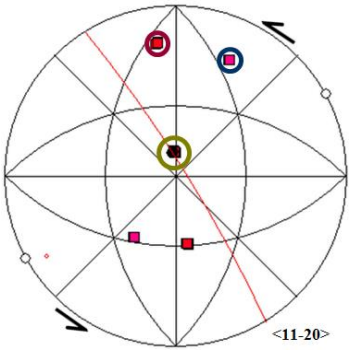




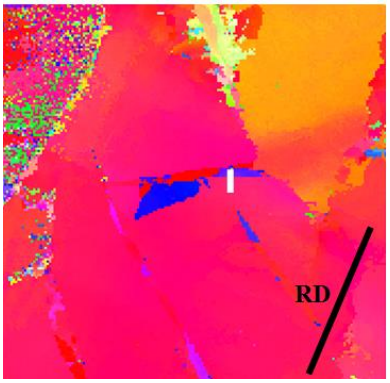
Macle B : double macle {10$\bar{1}$1}-{10$\bar{1}$2} désorienté de 37° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -56° de RD

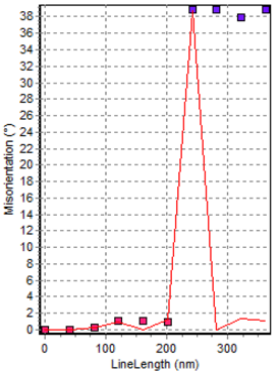


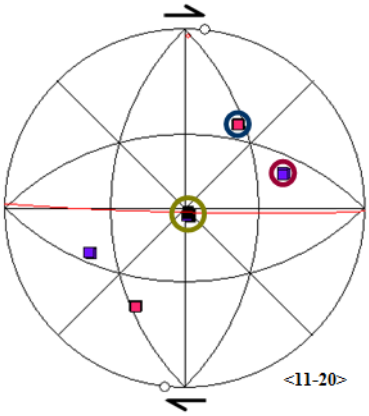




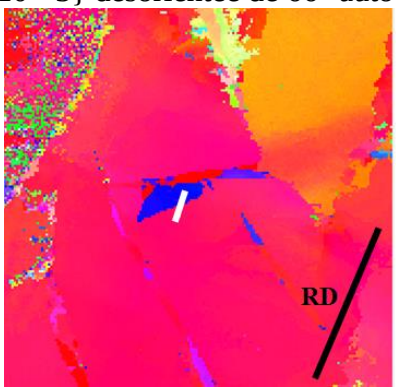
Macle C : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorienté de 39° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 68° de RD

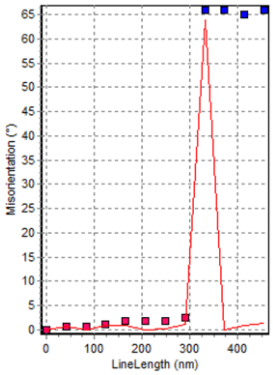


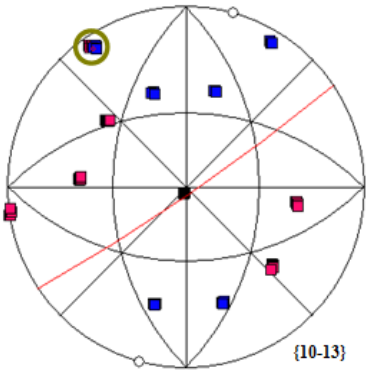


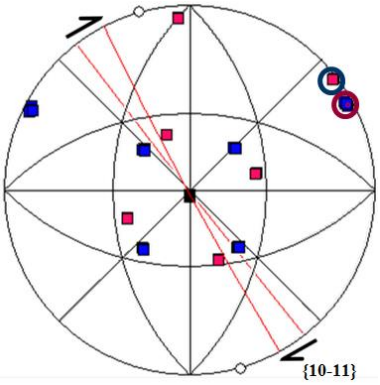


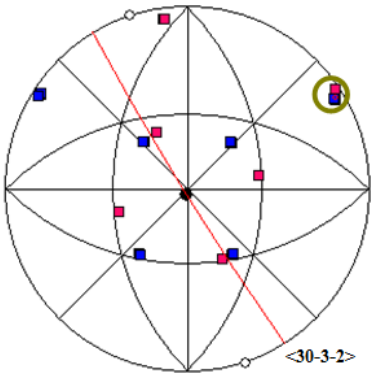
Macle D : macle $\{10\bar{1}3\}$ désorientée de 66° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 33° de RD



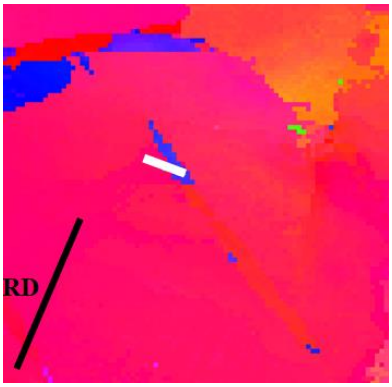


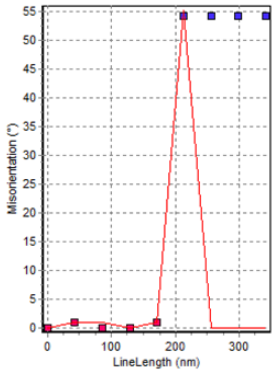


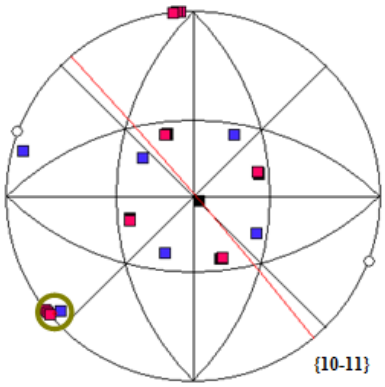


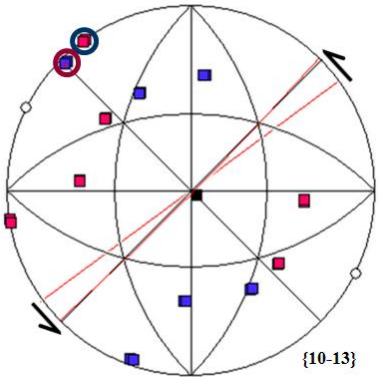


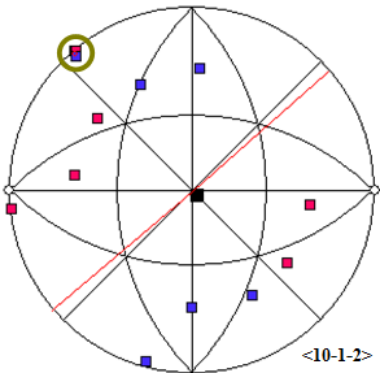
Macle E_1 : macle primaire $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 54° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -63° de RD



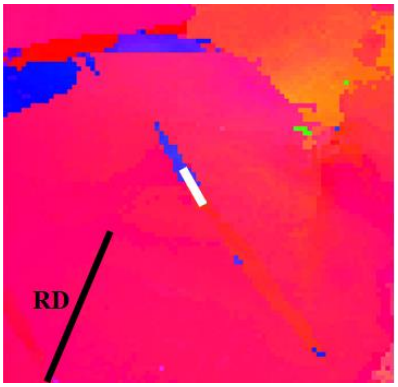


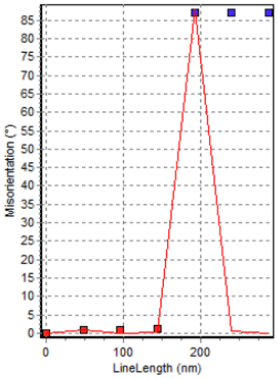


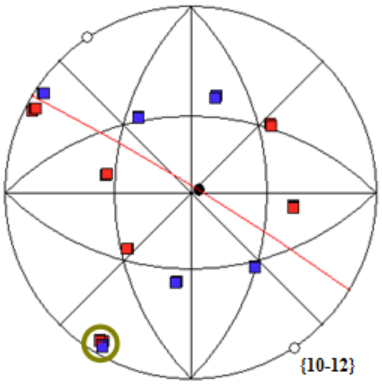


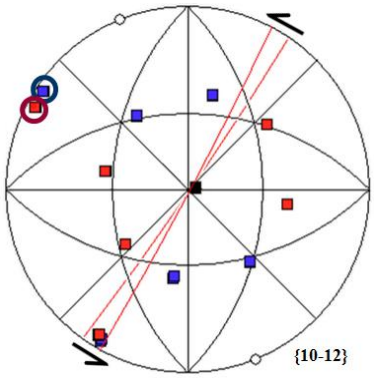


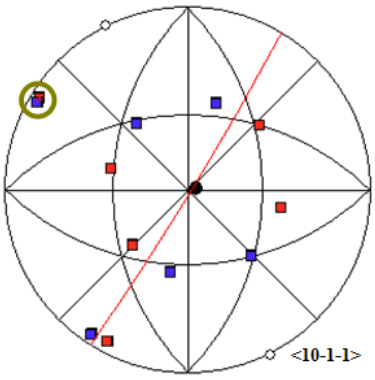
Macle E_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 87° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -83° de RD



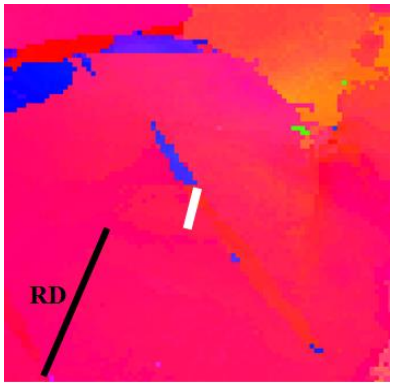


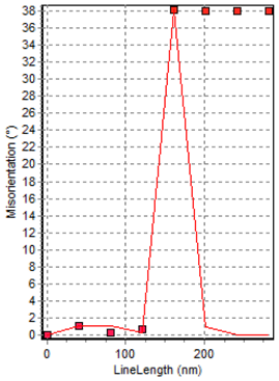


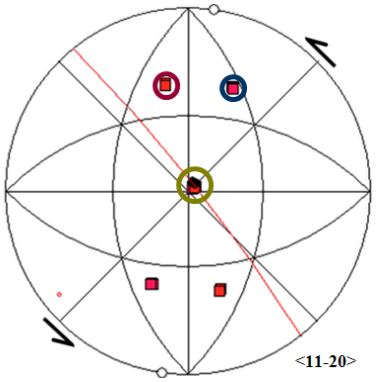




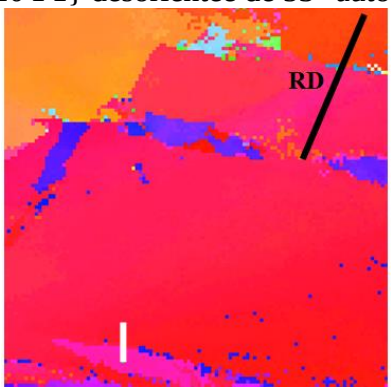
Macle E_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorienté de 38° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -63° de RD

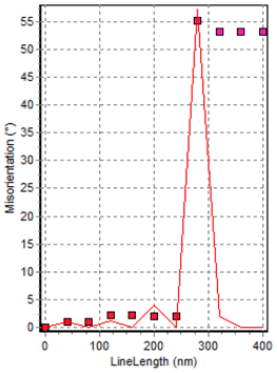


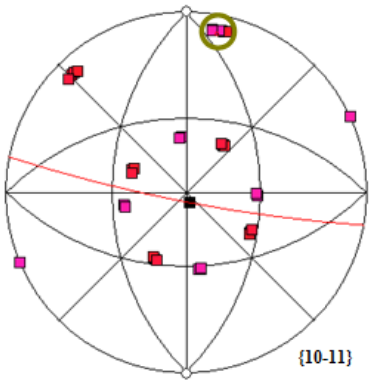


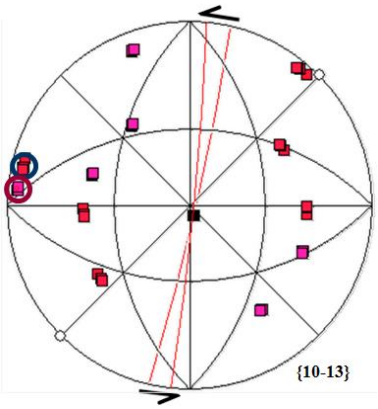


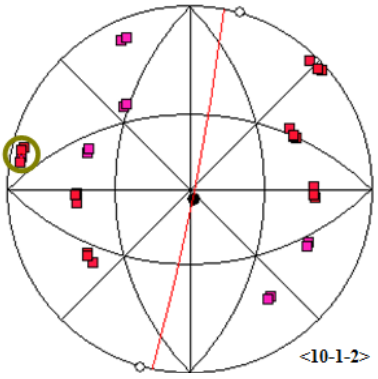
Macle F : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 53° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 77° de RD



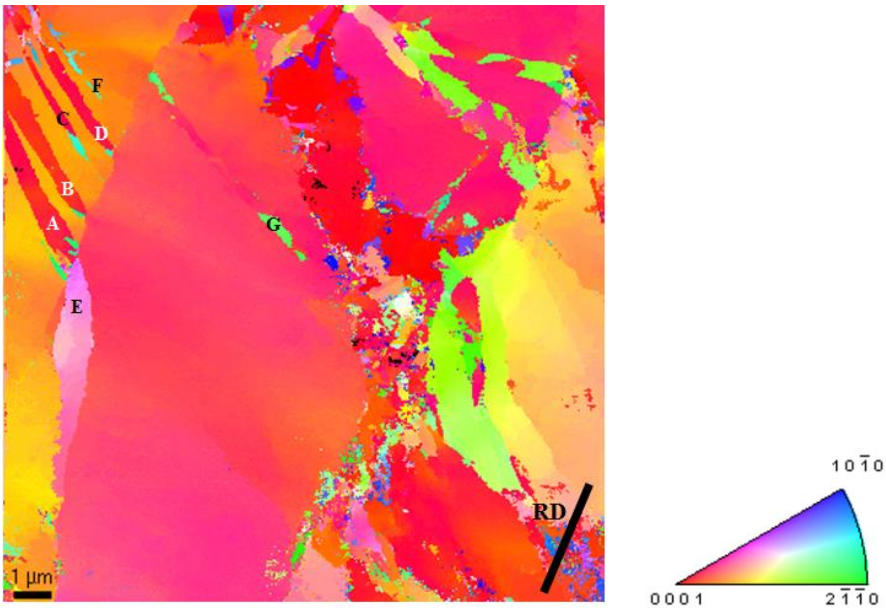




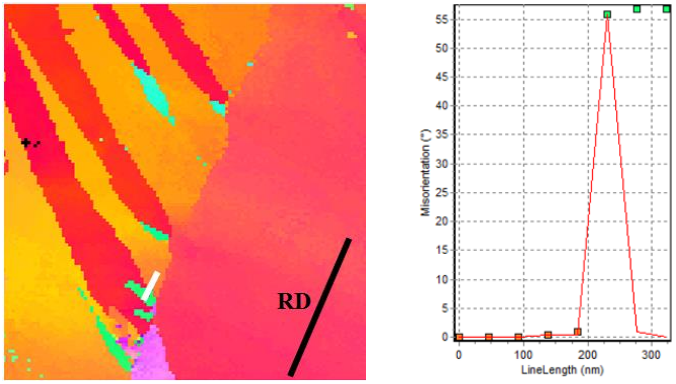


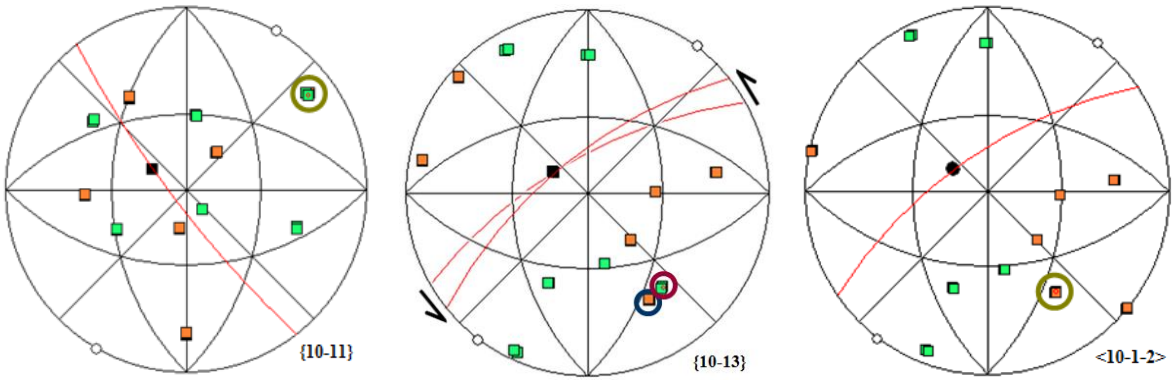


4ème cartographie

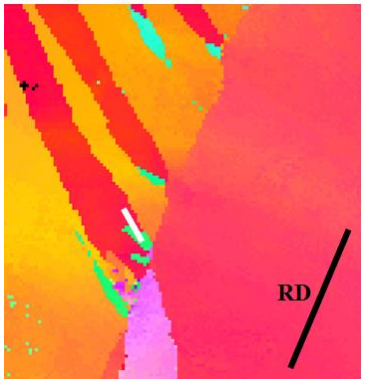


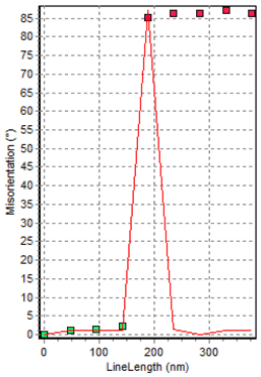
Macle A_1 : macle primaire {10$\bar{1}$1} désorientée de 56° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -61° de RD

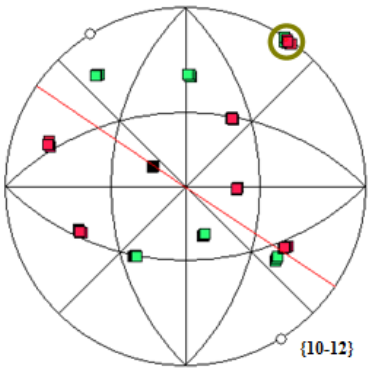


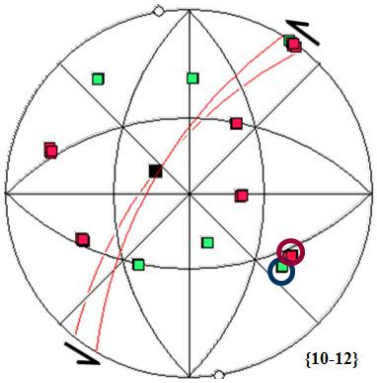


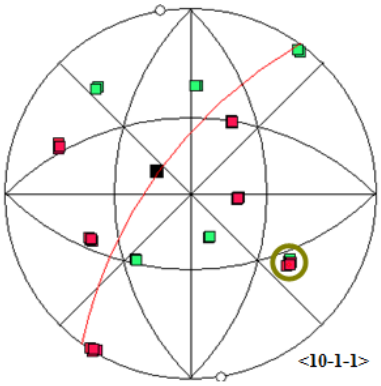
Macle A_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -78° de RD



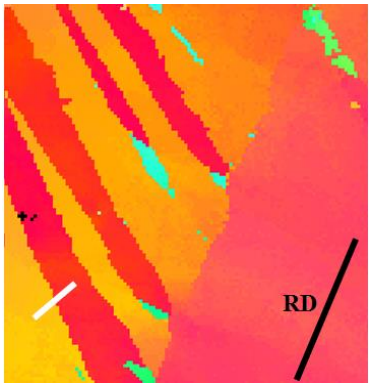


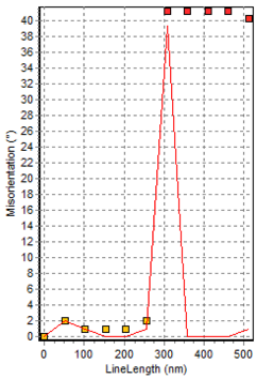


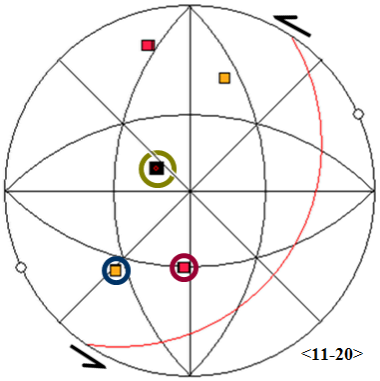




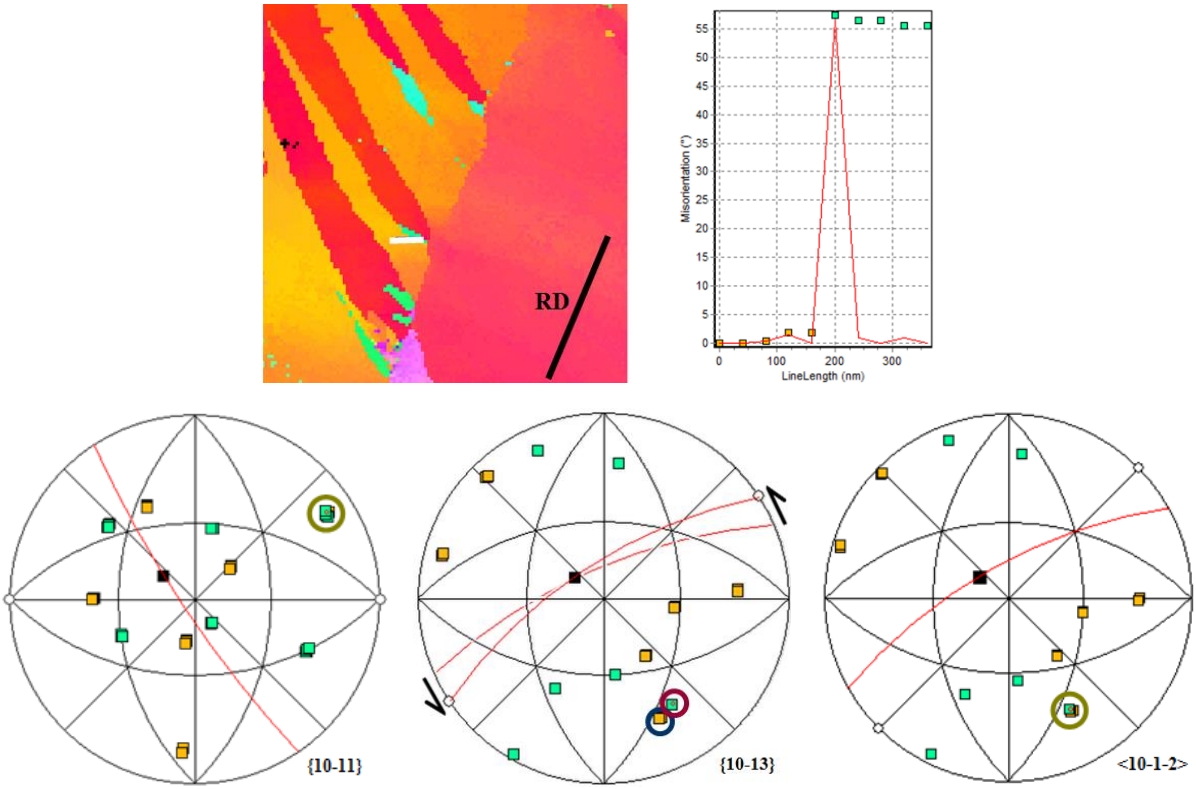
Macle A_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 41° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -61° de RD



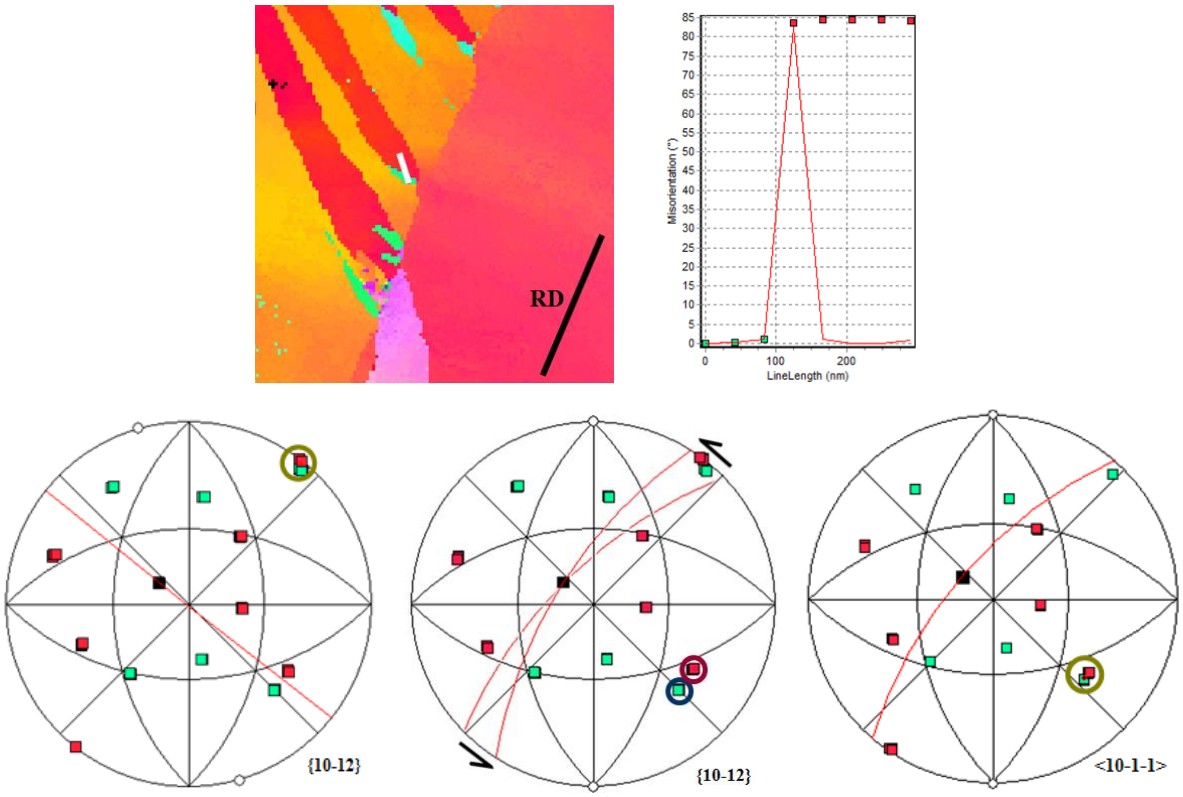




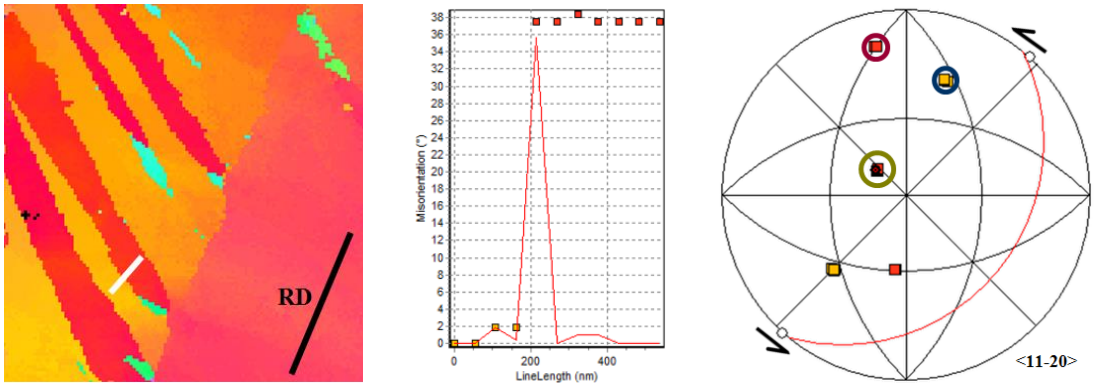
Macle B_1 : macle primaire $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 57° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -58° de RD



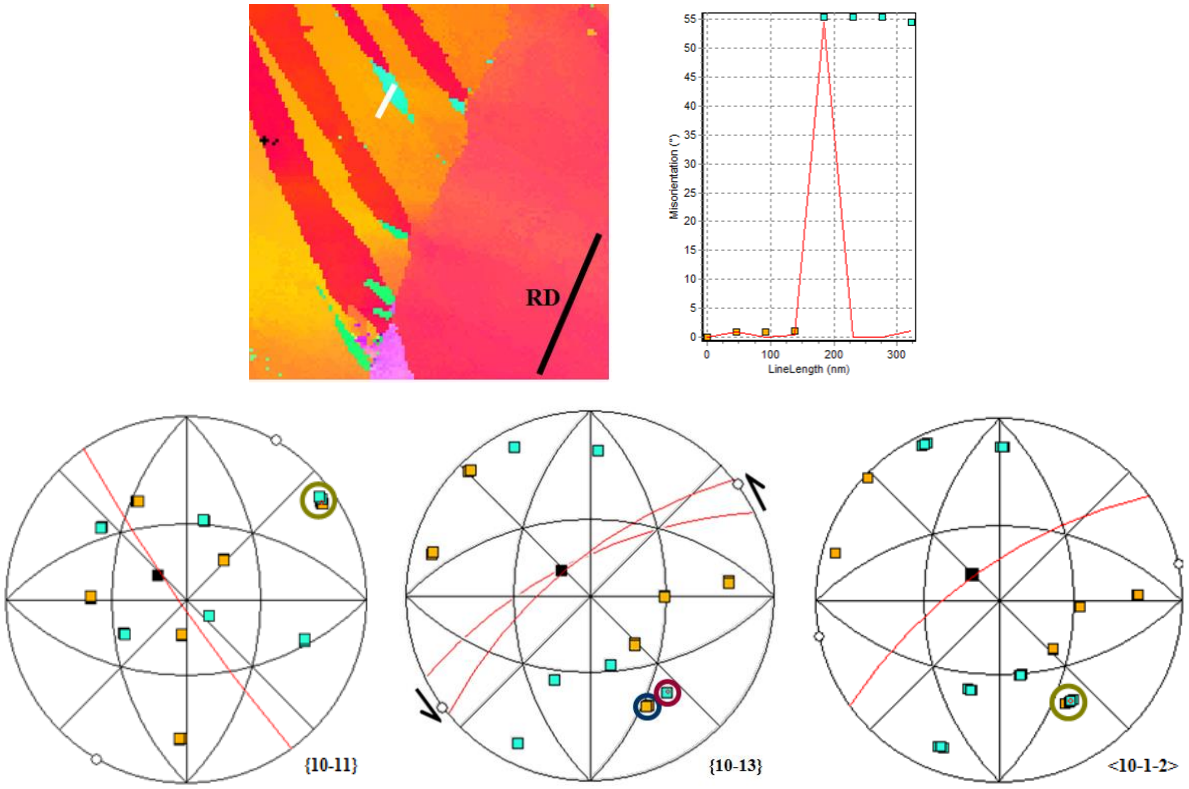
Macle B_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 84° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -74° de RD



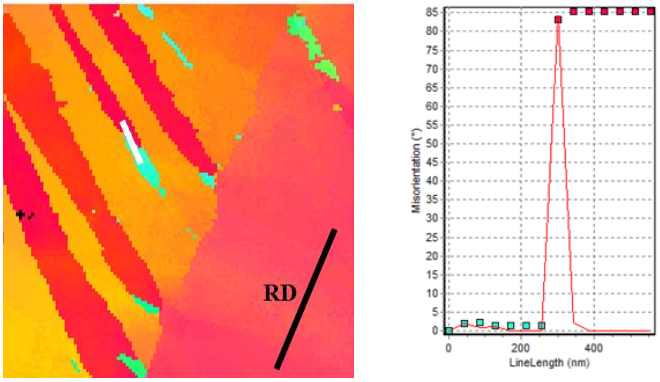
Macle B_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 37° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -58° de RD

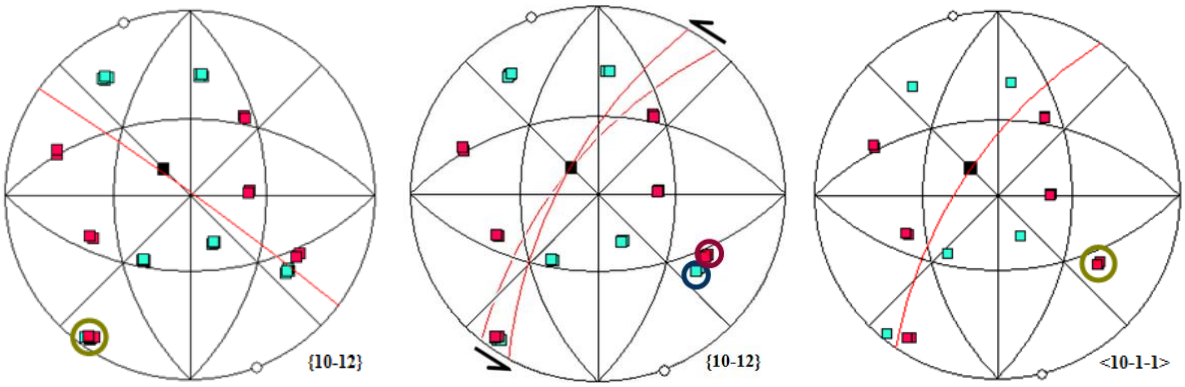


Macle C_1 : macle primaire $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 55° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -59° de RD

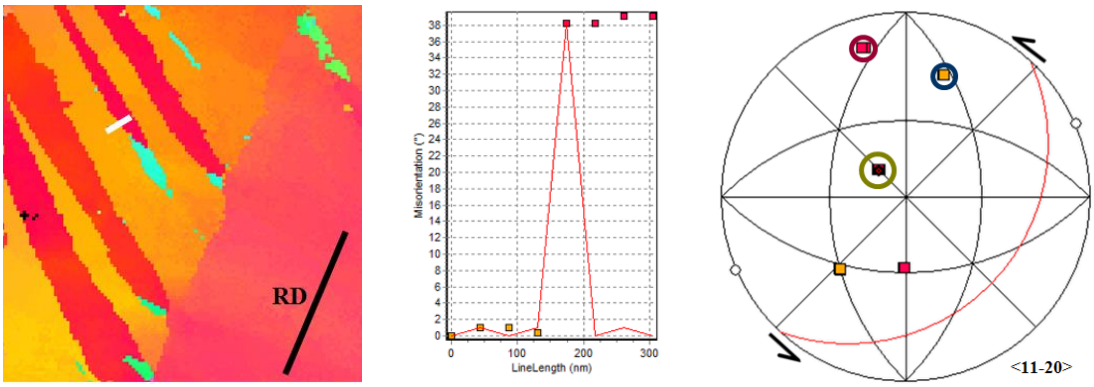


Macle C_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 85° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -77° de RD

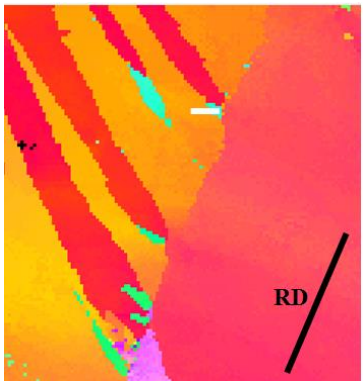


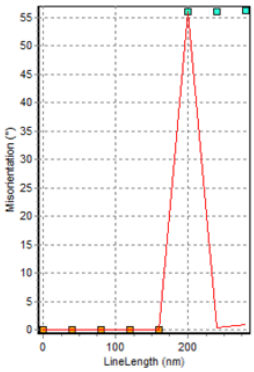


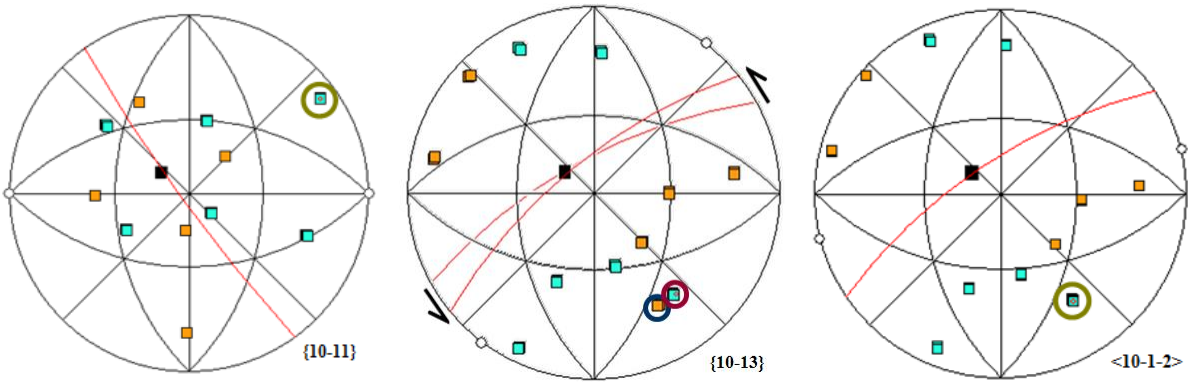
Macle C_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 39° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -59° de RD



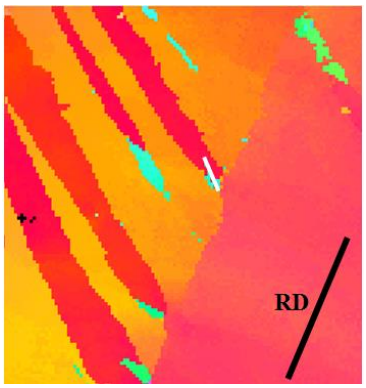
Macle D_1 : macle primaire $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 56° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -59° de RD

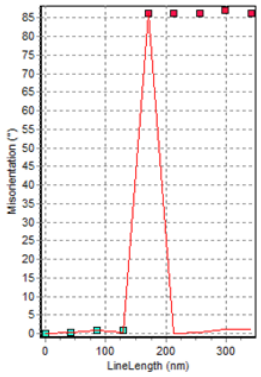


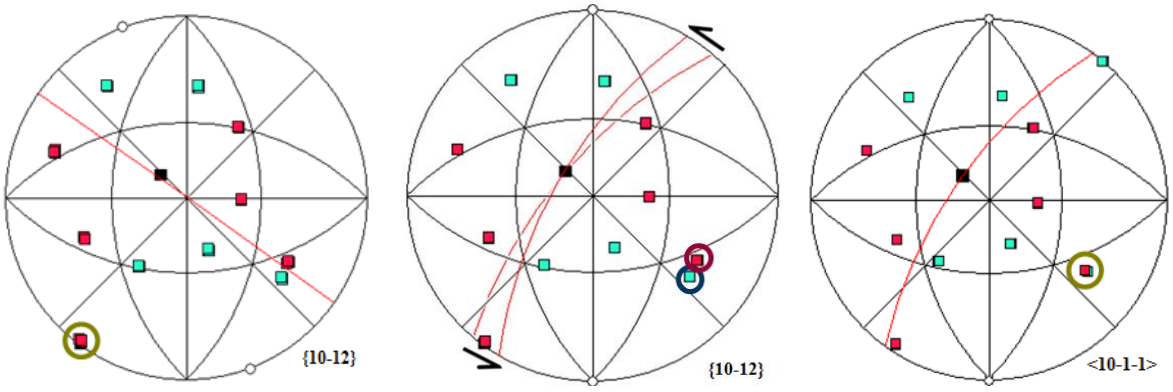




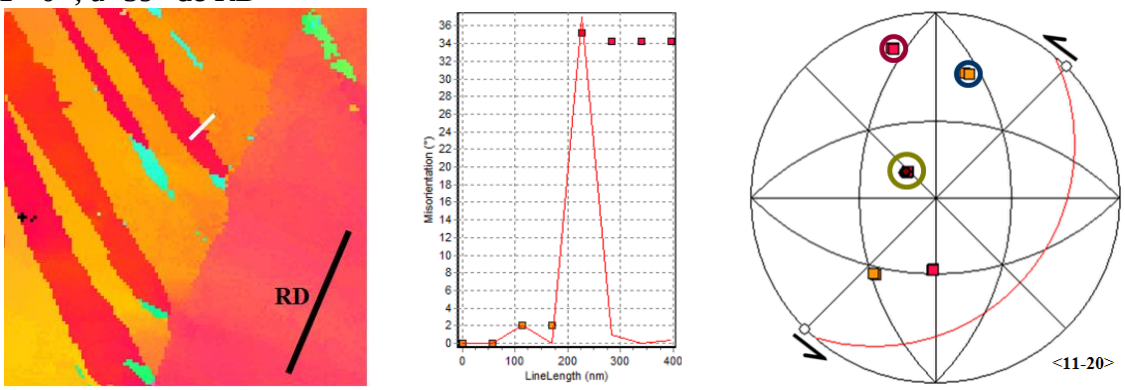
Macle D_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 86° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -76° de RD



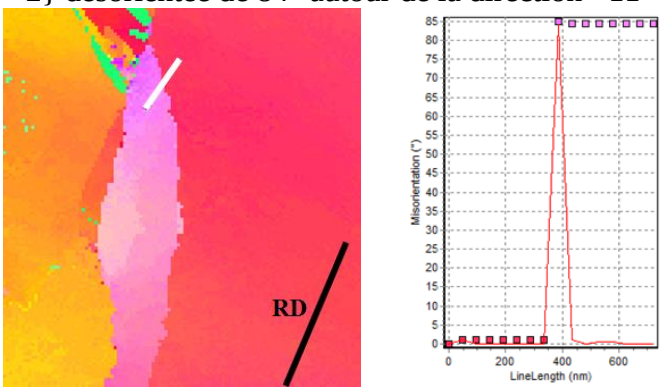


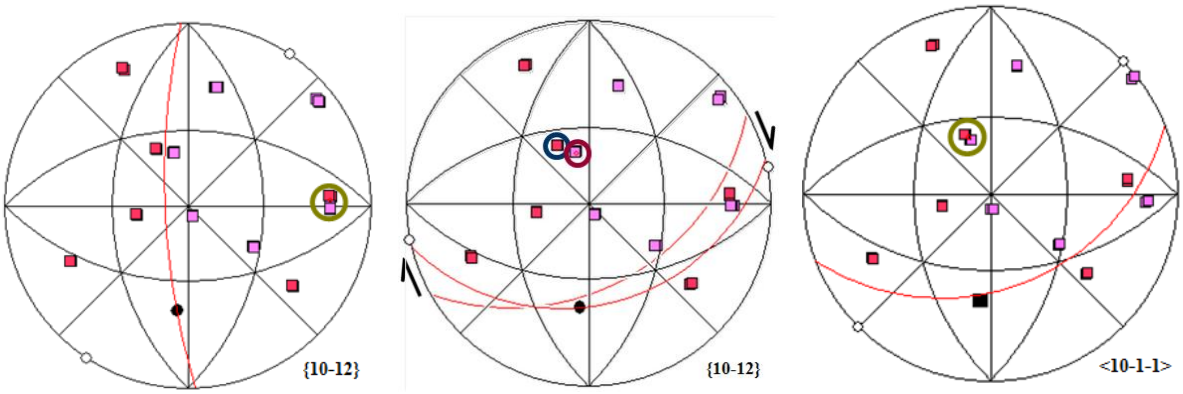


Macle D_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 34° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -59° de RD

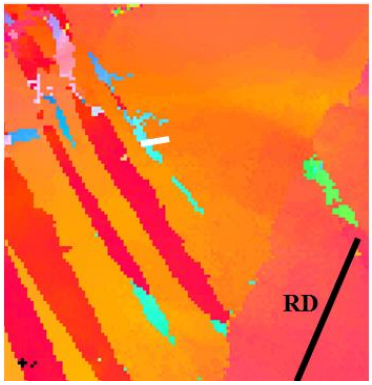


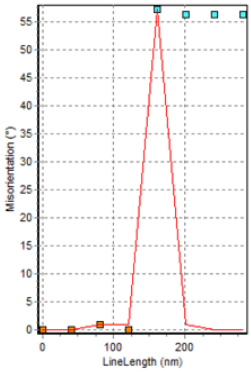
Macle E : macle $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 84° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -16° de RD

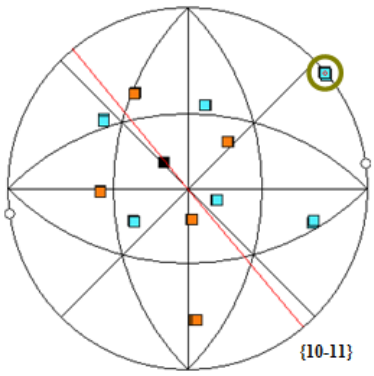


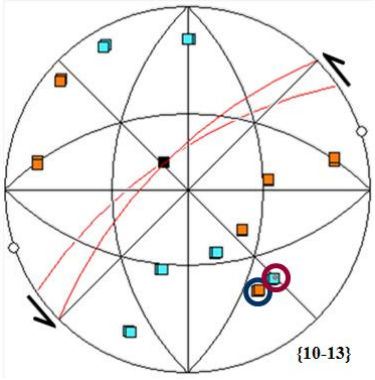


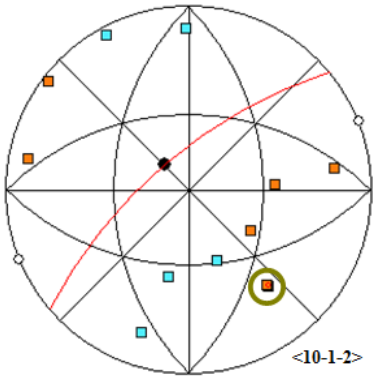
Macle F : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 57° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -63° de RD



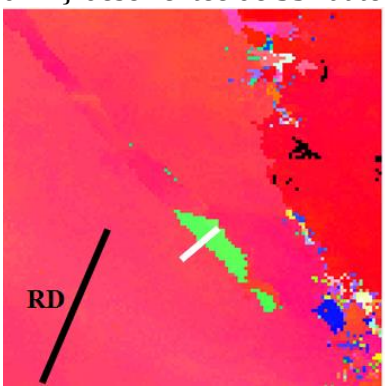


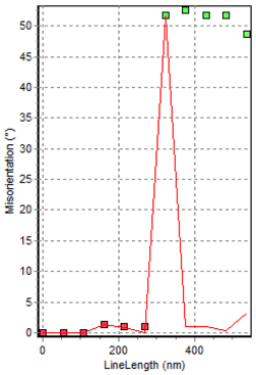


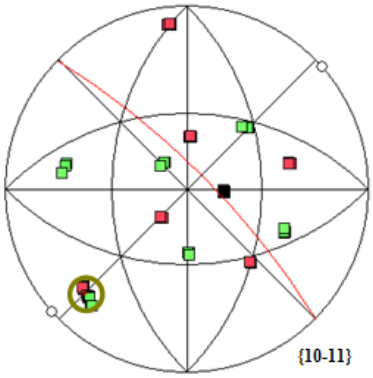


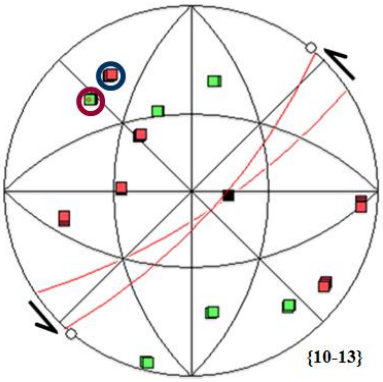


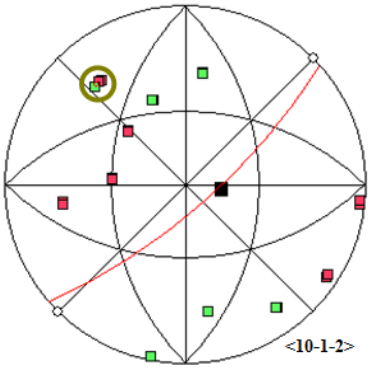
Macle G : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 53° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -68° de RD



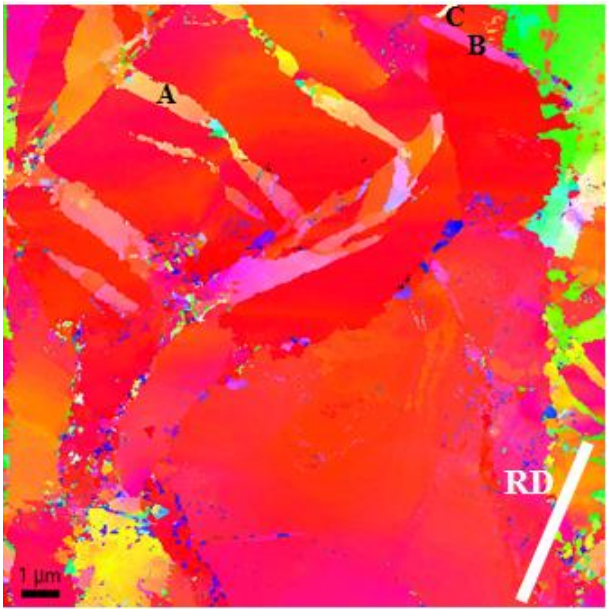


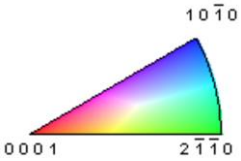




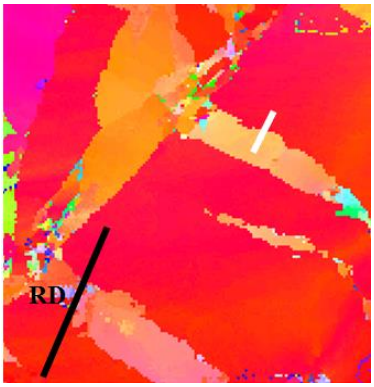


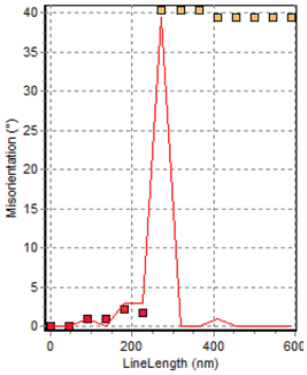
5ème cartographie

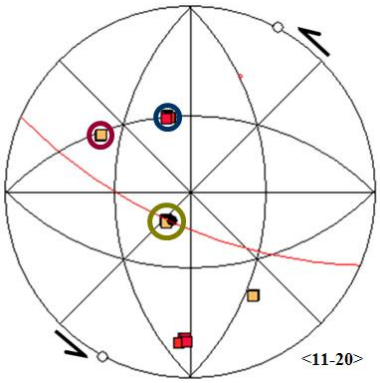




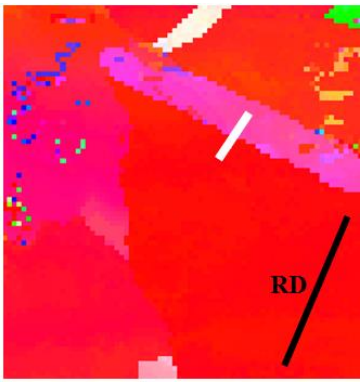
Macle A : double macle {10$\bar{1}$1}-{10$\bar{1}$2} désorientée de 40° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à 90° de RD

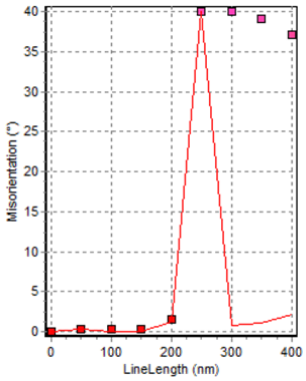


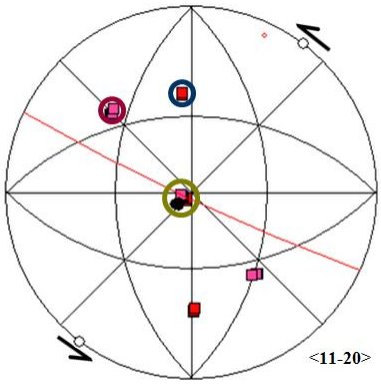




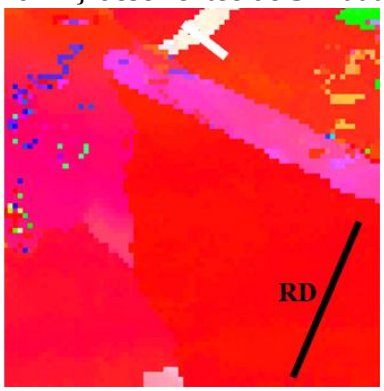
Macle B : double macle {10$\bar{1}$1}-{10$\bar{1}$2} désorientée de 40° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -89° de RD

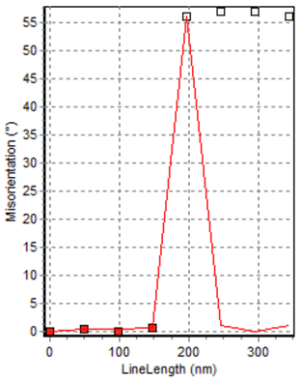


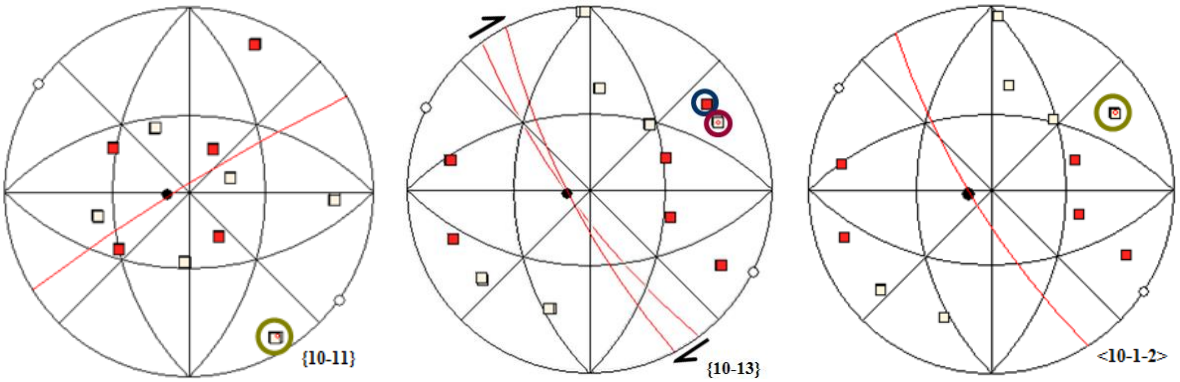




Macle C : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 57° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 36° de RD

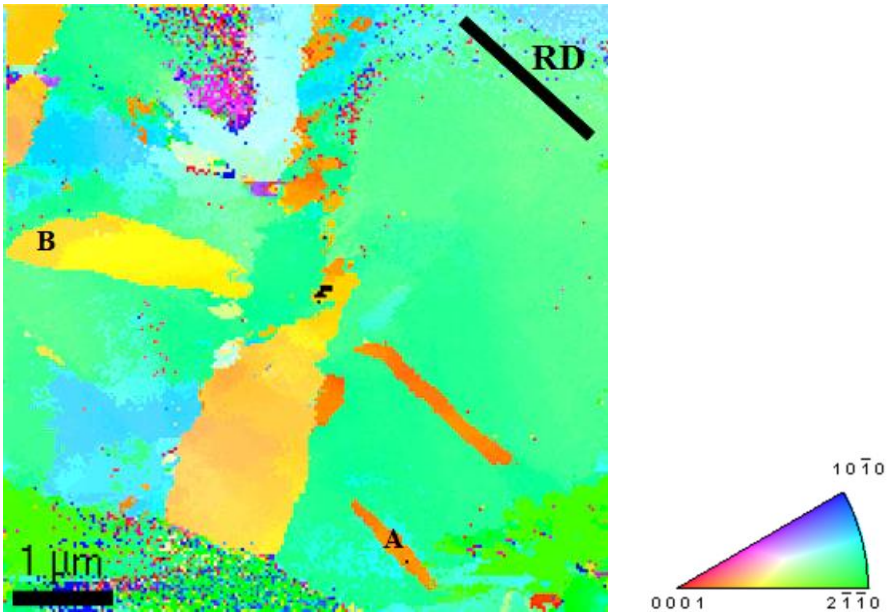




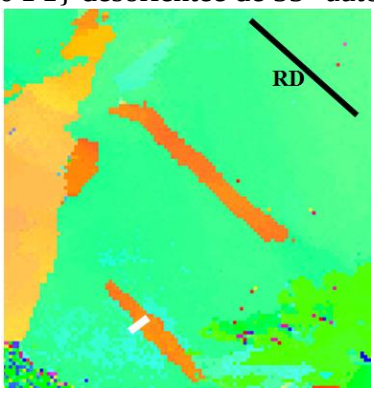


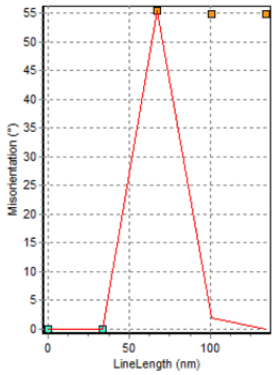
2ème séance MET

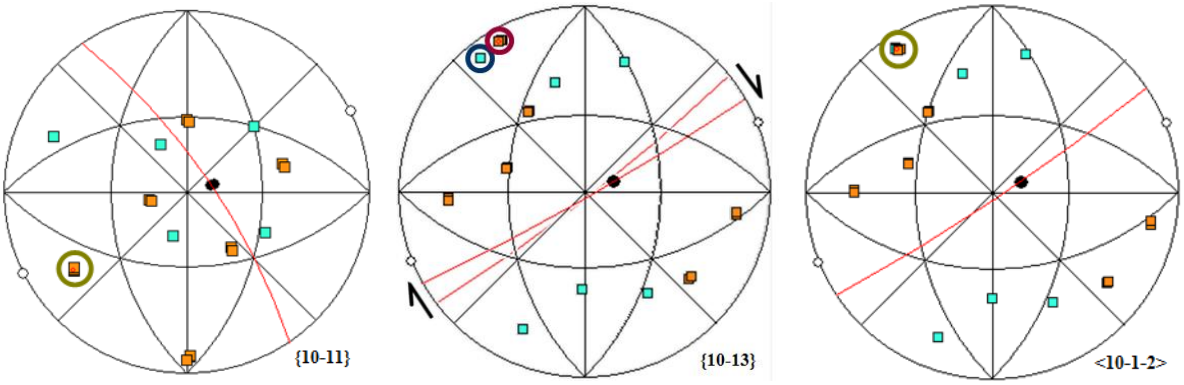
1ère cartographie



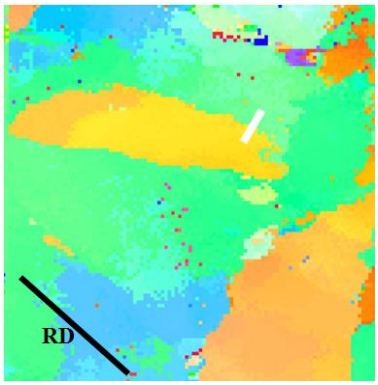
Macle A : macle {10$\bar{1}$1} désorientée de 55° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à 13° de RD

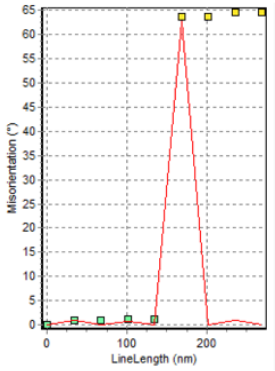


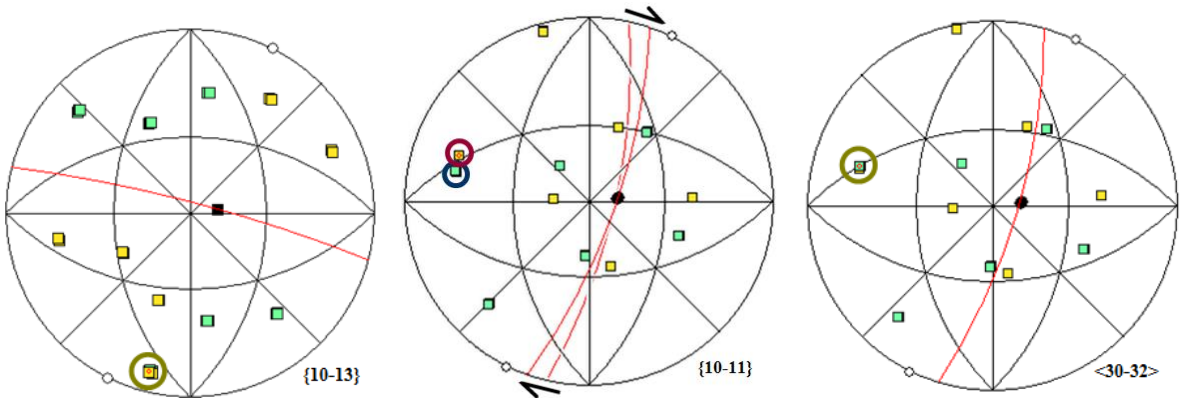




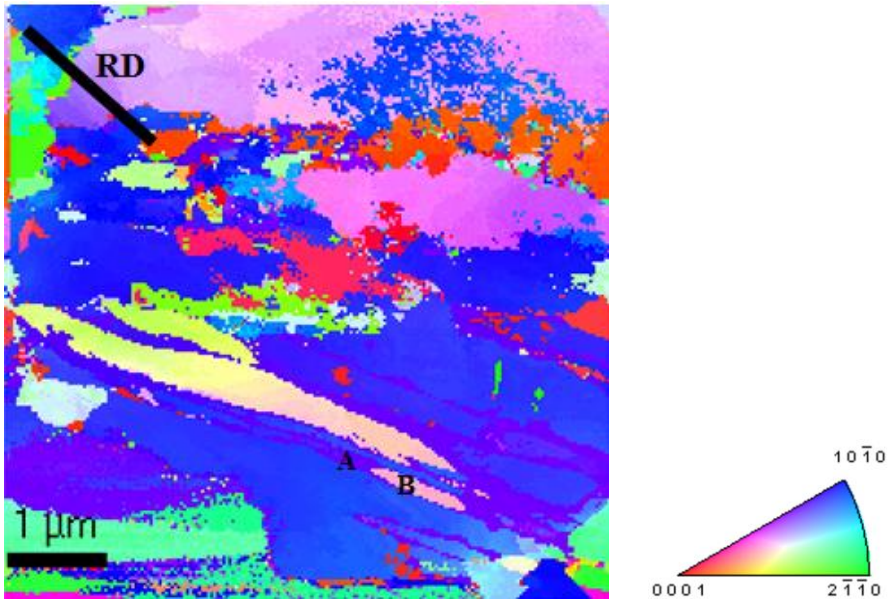
Macle B : macle $\{10\bar{1}3\}$ désorientée de 64° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -27° de RD



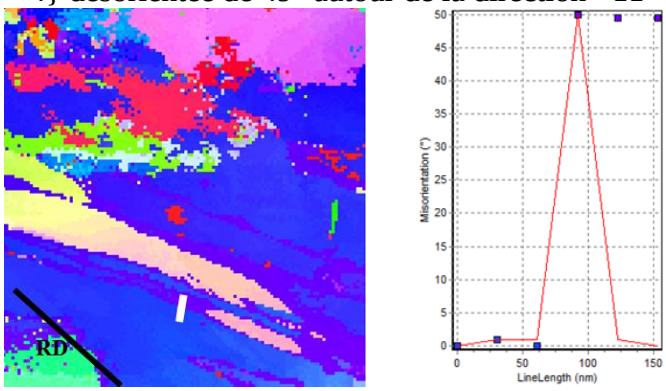


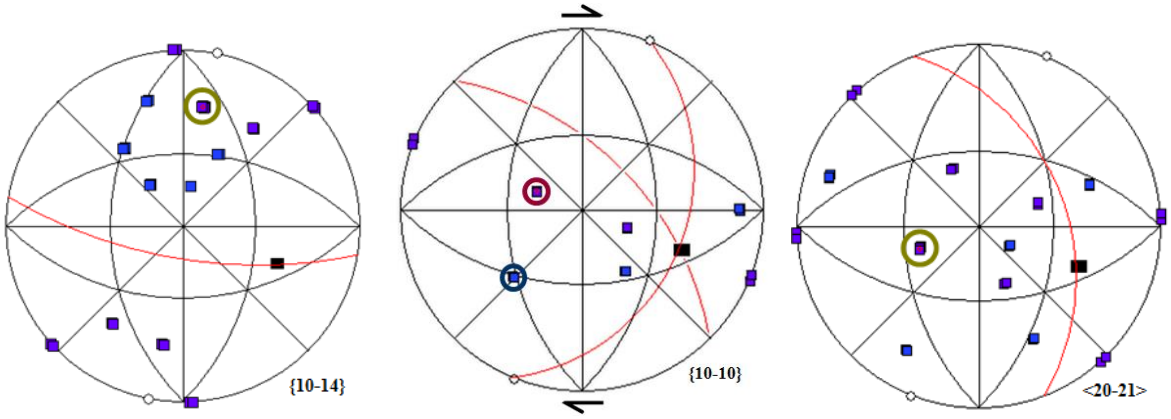


2ème cartographie

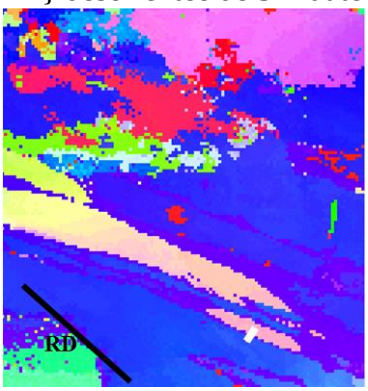


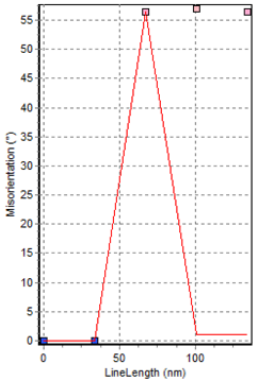
Macle A : macle {10$\bar{1}$4} désorientée de 49° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -33° de RD

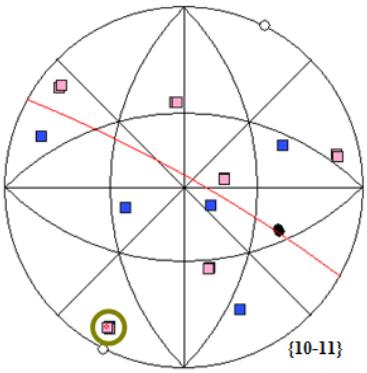


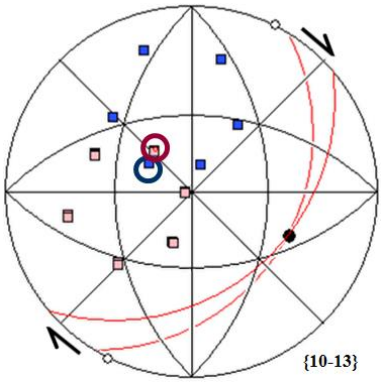


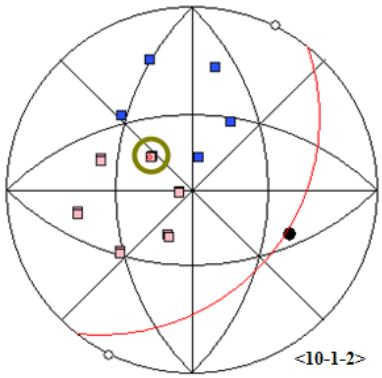
Macle B : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 57° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -13° de RD



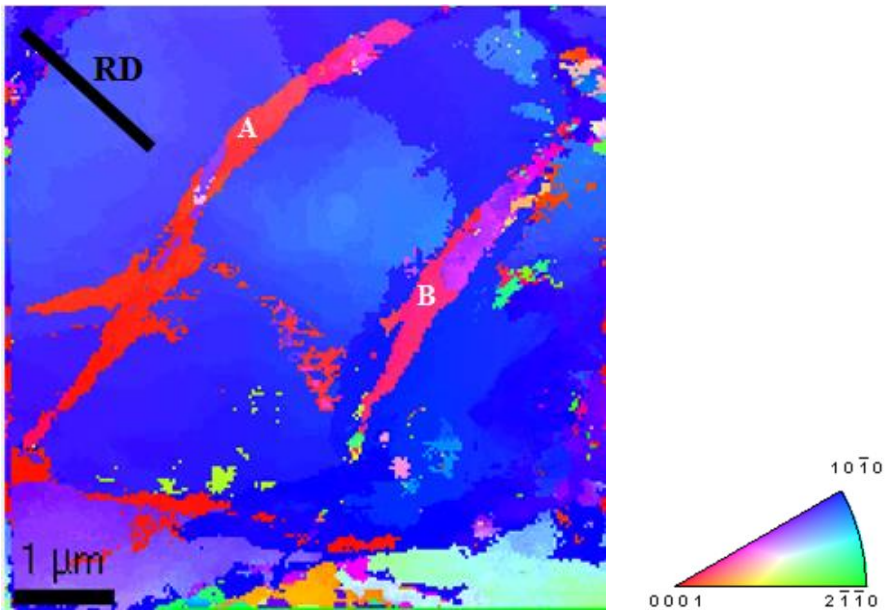




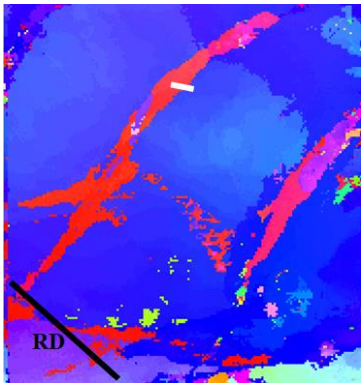


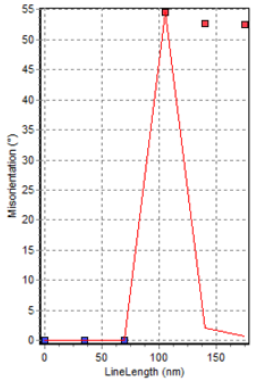


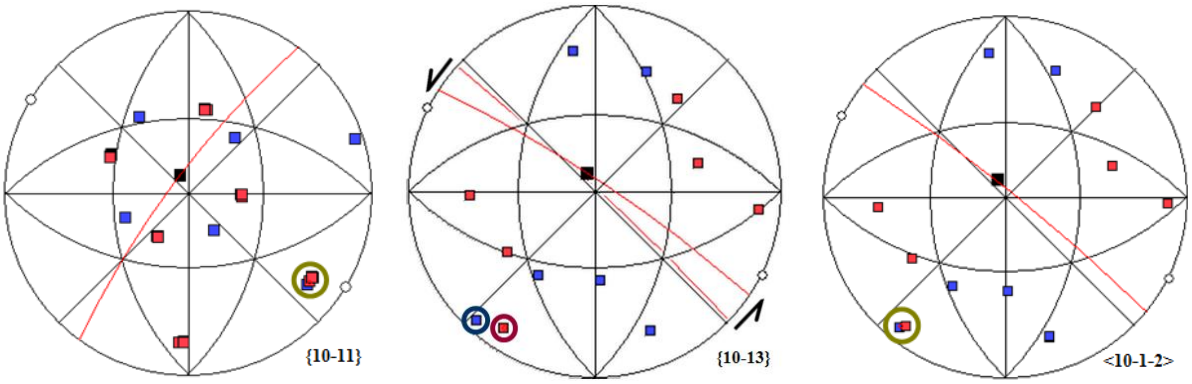
3ème cartographie



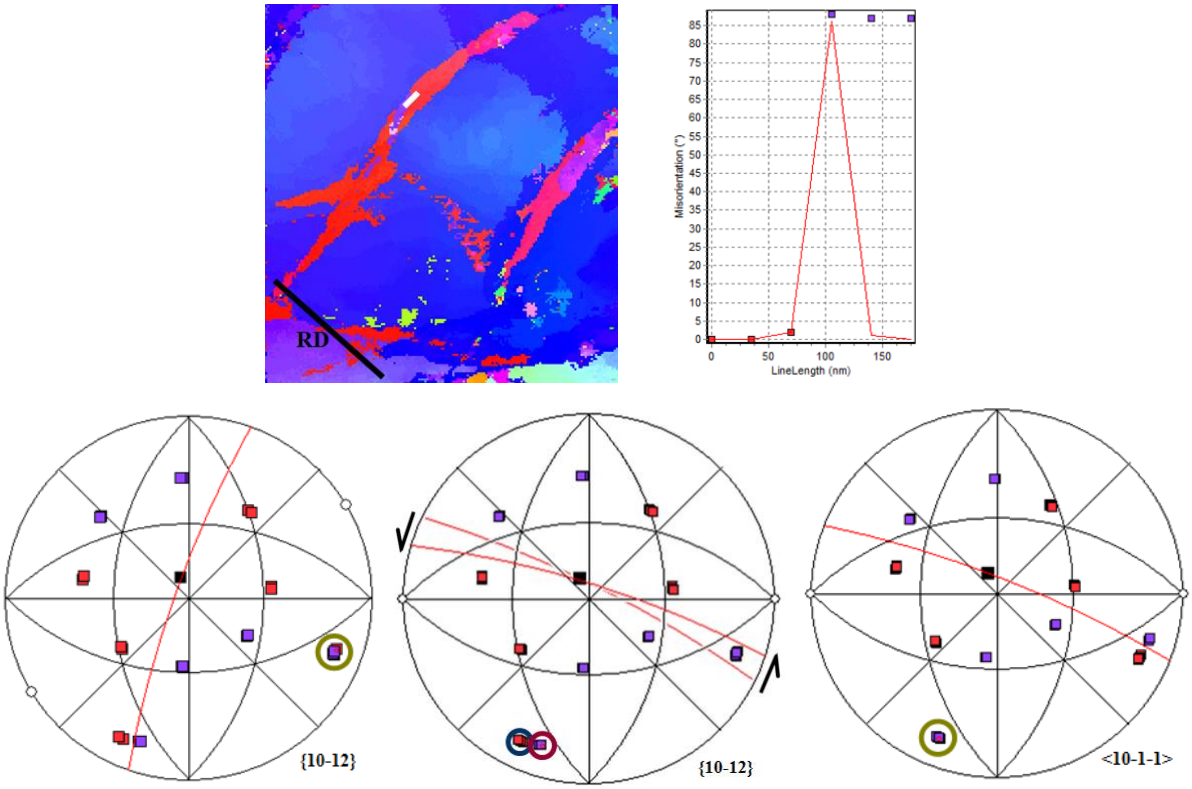
Macle A_1 : macle primaire {10$\bar{1}$1} désorientée de 53° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à 85° de RD



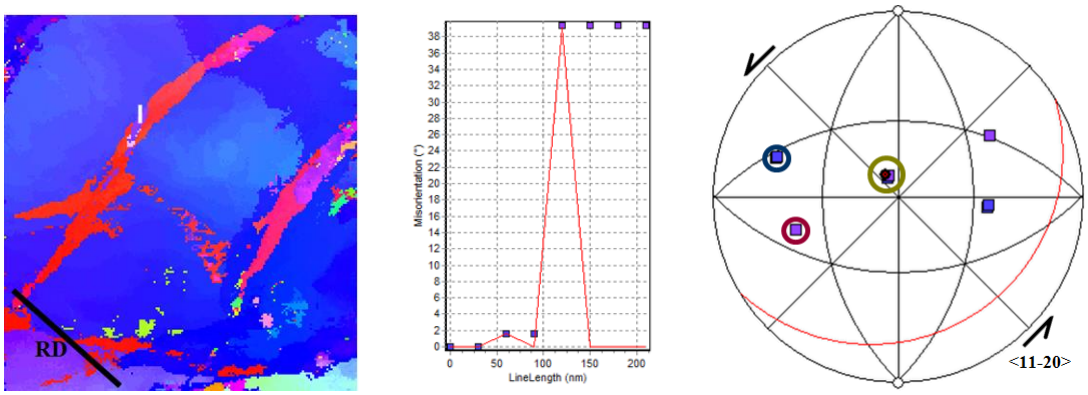




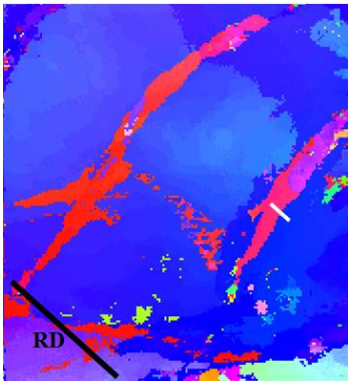
Macle A_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 87° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 69° de RD

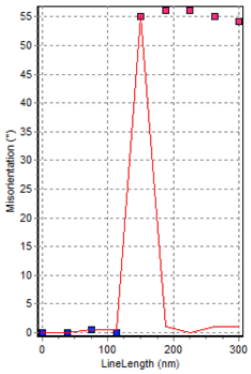


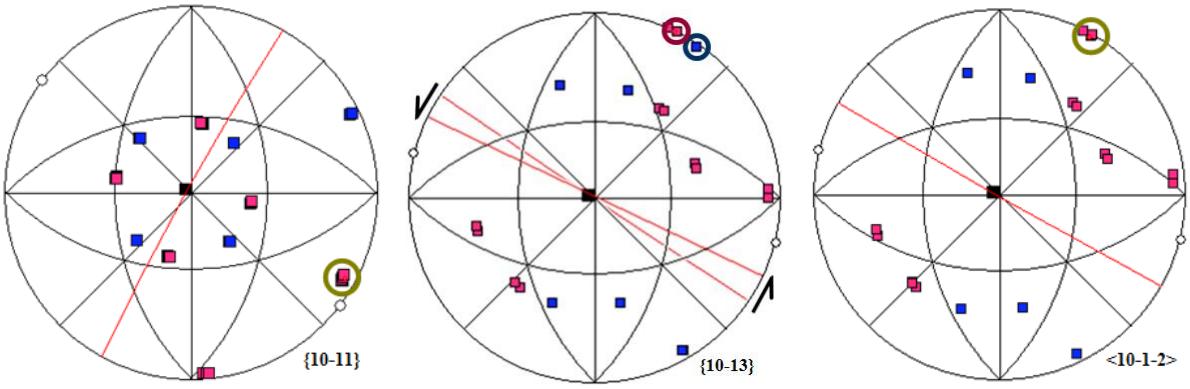
Macle A_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 39° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 85° de RD



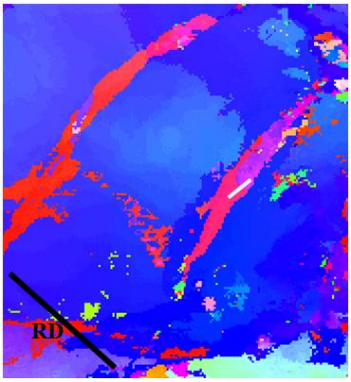
Macle B_1 : macle primaire $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 55° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 77° de RD

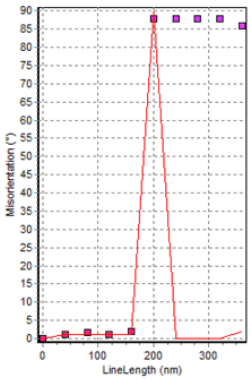


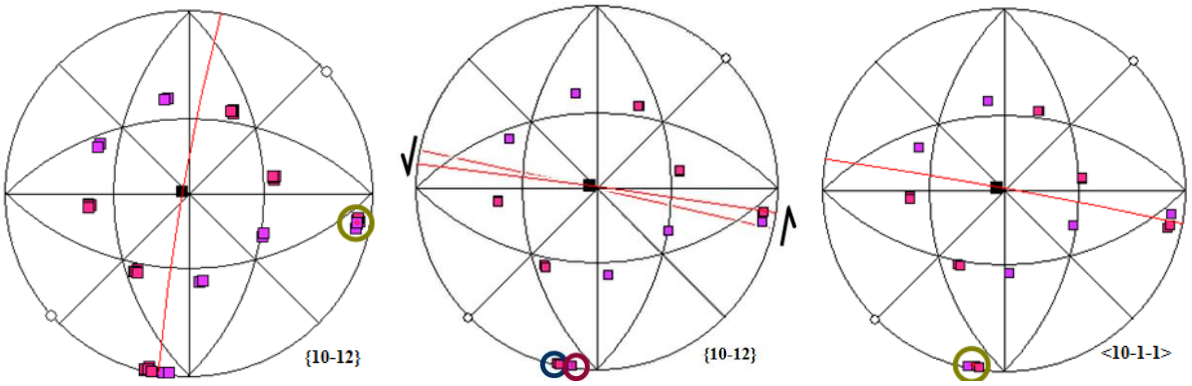




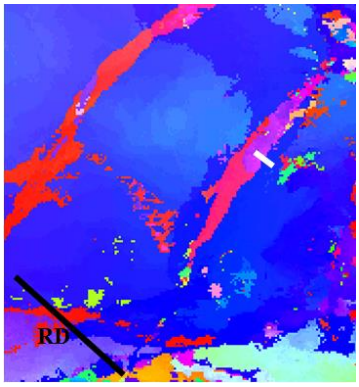
Macle B_2 : macle secondaire $\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 88° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 59° de RD

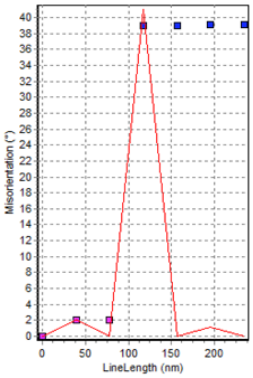


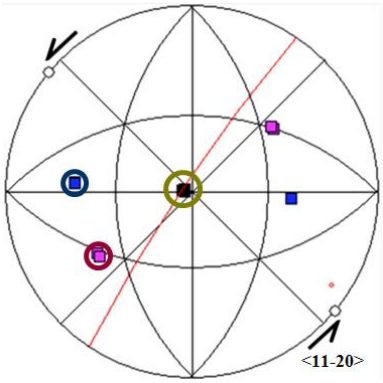




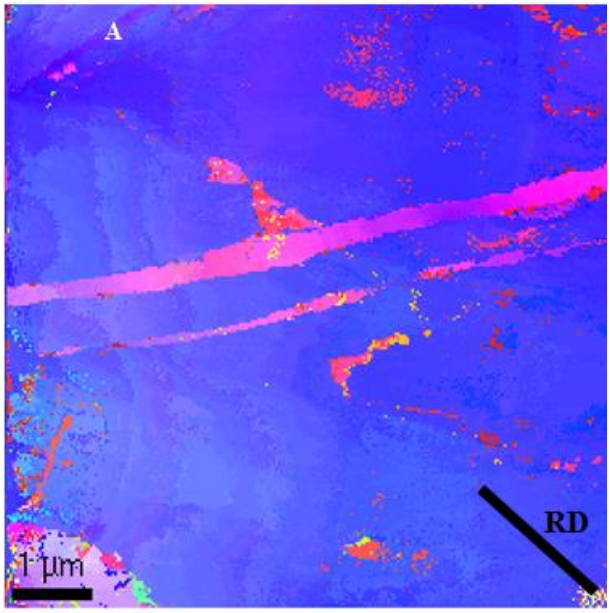
Macle B_3 : double macle $\{10\bar{1}1\}$-$\{10\bar{1}2\}$ désorientée de 39° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 77° de RD

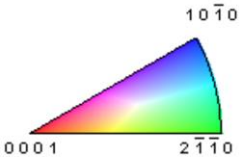




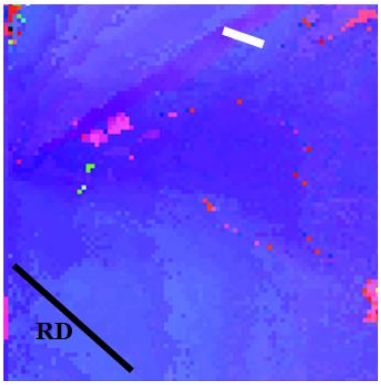


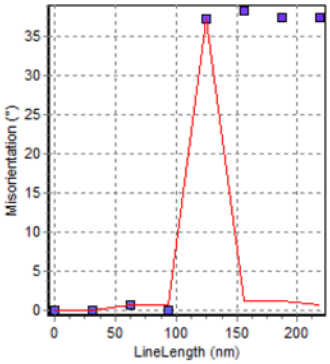
4ème cartographie

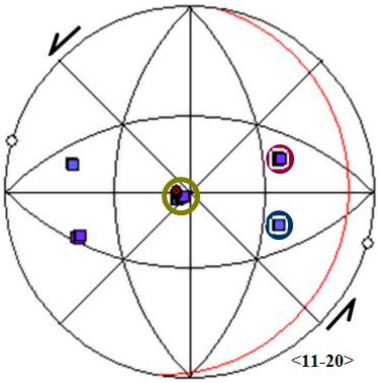




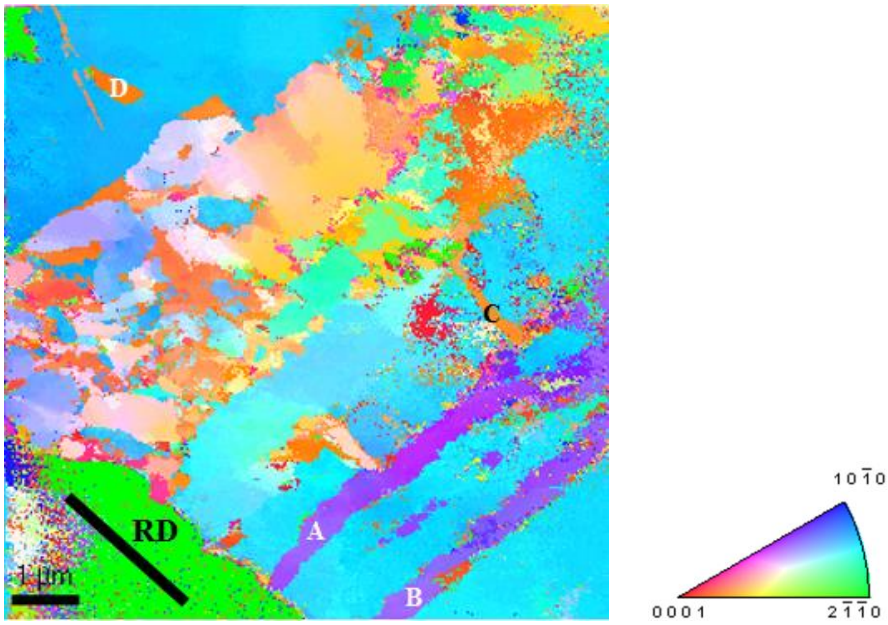
Macle A : double macle {10$\bar{1}$1}-{10$\bar{1}$2} désorientée de 38° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -86° de RD



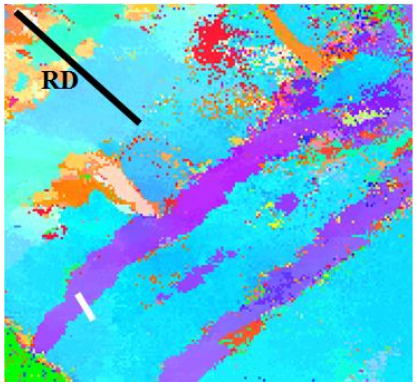


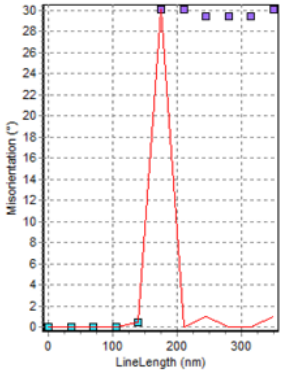


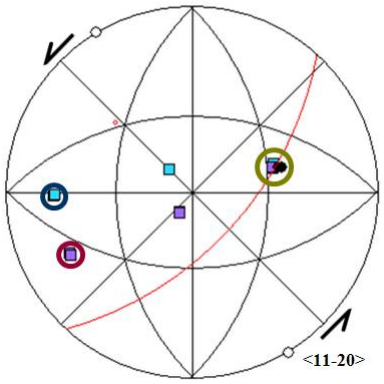
5ème cartographie



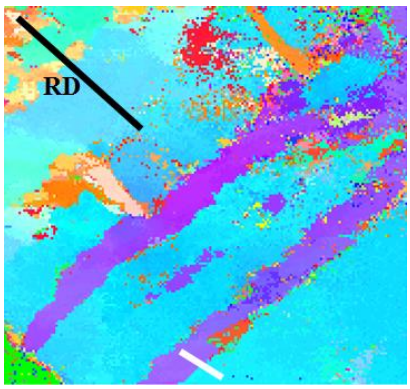
Macle A : double macle {10$\bar{1}$1}-{10$\bar{1}$2} désorientée de 30° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à 87° de RD

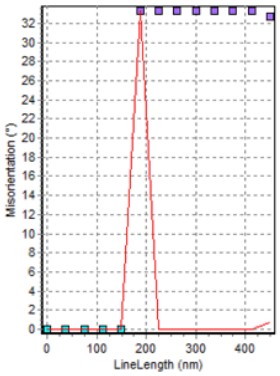


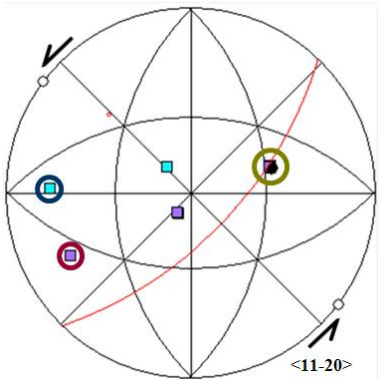




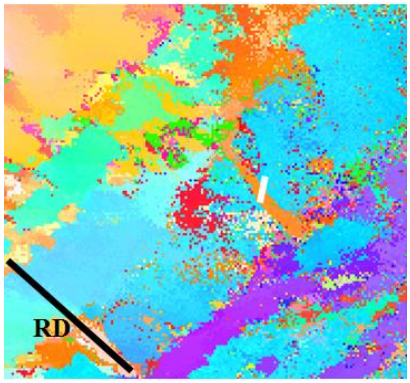
Macle B : double macle {10$\bar{1}$1}-{10$\bar{1}$2} désorientée de 33° autour de la direction <11$\bar{2}$0>, à -89° de RD

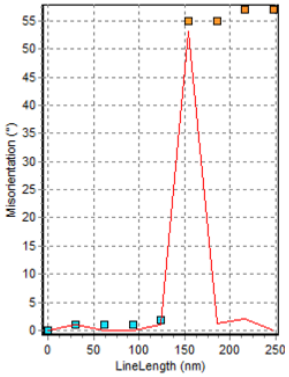


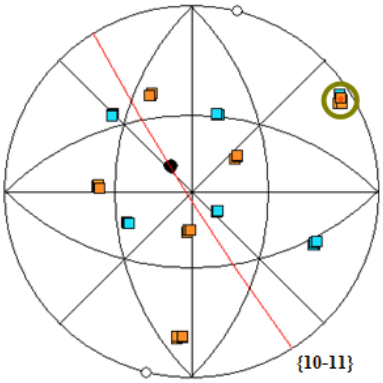


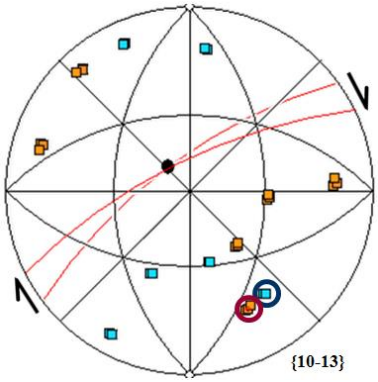


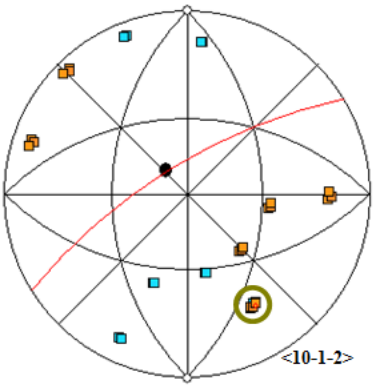
Macle C : macle $\{10\bar{1}1\}$ désorientée de 55° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à 17° de RD



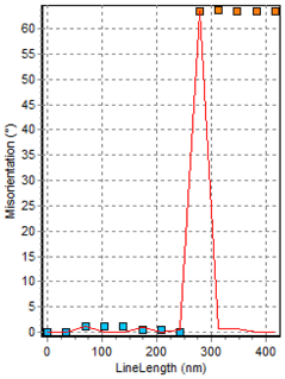


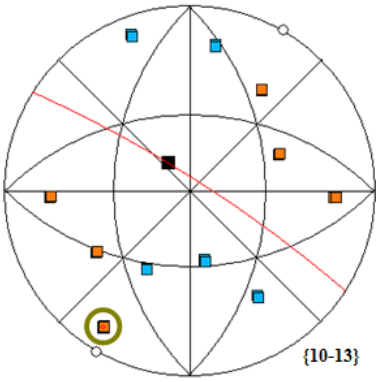


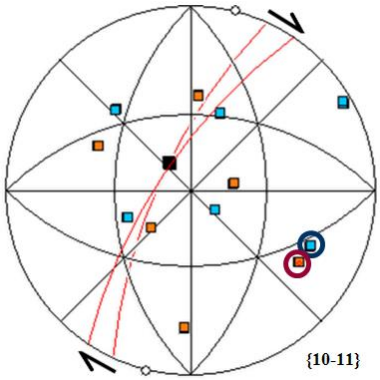


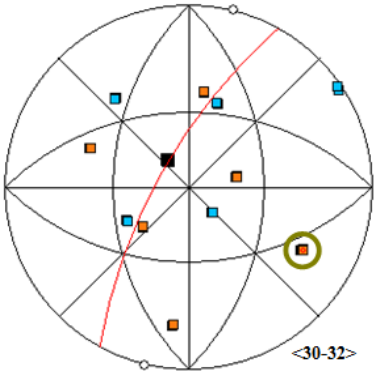


Macle D : macle $\{10\bar{1}3\}$ désorientée de 64° autour de la direction $<11\bar{2}0>$, à -9° de RD









ANNEXE C

Détermination du taux de cisaillement effectif

Afin de suivre le cisaillement au cours du laminage, une entaille est réalisée sur la rive de l'échantillon (figure C-1). Cette entaille est photographiée après chaque passage de laminage. A chacun de ces passages, l'entaille va s'incliner sous les coups de la compression et du cisaillement (figures C-1).

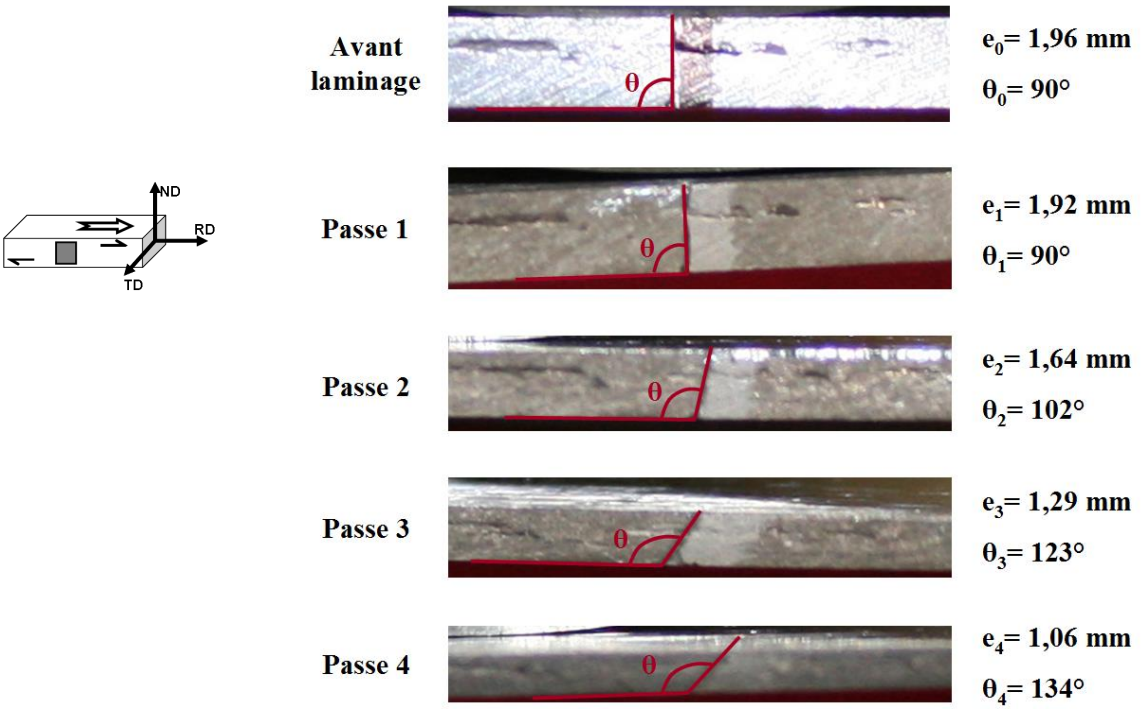


Figure C-1 : exemple de suivi de cisaillement pour un échantillon laminé de manière asymétrique en 4 passes

L'angle d'inclinaison final obtenu est le résultat du cisaillement ET de la compression, il faut donc le retravailler pour déterminer le taux de cisaillement effectif à l'asymétrie dans le laminage. Ce travail est donné par Halloumi et al. [Halloumi 12].

La figure C-2 schématise comment se fait la déformation lorsqu'un échantillon est soumis à une compression combinée à un cisaillement, c'est-à-dire durant un laminage asymétrique. C'est l'angle θ et l'épaisseur, donnant la réduction r, qui seront lues sur l'échantillon et utilisés pour calculer le cisaillement effectif.

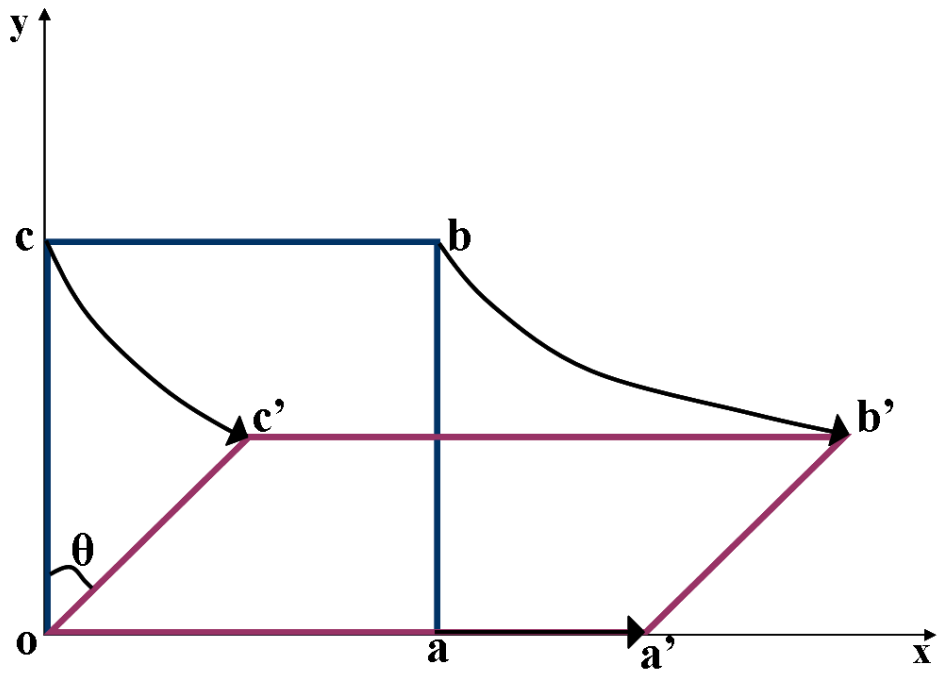


Figure C-2 : schéma de la déformation d'un échantillon durant le laminage (compression – cisaillement)

Halloumi et al. partent des champs de vitesse homogène :

$$\begin{cases} u_x = \dot{\varepsilon} x + \dot{\gamma} y \\ u_y = -\dot{\varepsilon} y \end{cases} \qquad \text{(C-1)}$$

Pour proposer une vitesse de déformation équivalente de Von Mises :

$$\dot{\varepsilon}_{éq} = \left(2/\sqrt{3}\right)\sqrt{\dot{\varepsilon}^2 + \dot{\gamma}^2/4} \qquad \text{(C-2)}$$

Avec $\dot{\varepsilon}$ la vitesse de déformation et $\dot{\gamma}$ la vitesse de cisaillement.

En laminage symétrique $\dot{\gamma}$=0, l'équation C-2 devient donc:

$$\dot{\varepsilon}_{éq}^{Sym} = \left(2/\sqrt{3}\right)\dot{\varepsilon} \qquad \text{(C-3)}$$

Ce qui donne en termes de déformation équivalente symétrique :

$$\varepsilon_{éq}^{Sym} = \left(2/\sqrt{3}\right)\varepsilon \qquad \text{(C-4)}$$

Or par définition la déformation réelle est $\varepsilon = \ln\left(y_0/y\right)$, où y_0 est l'épaisseur initiale et y l'épaisseur finale. Elle peut aussi s'écrire $\varepsilon = -\ln(1-r)$ car la réduction r est définie par :

$$r = \frac{y_0 - y}{y_0}$$

(C-5)

La déformation équivalente symétrique devient alors:

$$\varepsilon_{éq}^{Sym} = \left|\left(2/\sqrt{3}\right)\ln(1-r)\right| \tag{C-6}$$

Il existe un facteur $a = \dot{\gamma}/\dot{\varepsilon}$ qui lie les vitesses de déformation et de cisaillement (pour $\dot{\varepsilon} \neq 0$). Ce facteur permet de déterminer le cisaillement effectif à partir de la déformation équivalente symétrique :

$$\boxed{\gamma_{effectif} = a\,\varepsilon_{éq}^{Sym}} \tag{C-7}$$

Le facteur a se calcule à partir du cisaillement apparent donné par l'angle θ ($\gamma_{app} = \tan\theta$) et $\gamma_{app} = x/y$.

x et y, les coordonnées après déformation, sont déterminés en résolvant le système d'équations différentielles tiré du système équation C-1:

$$\begin{cases} \dfrac{dx}{dt} = \dot{\varepsilon}x + \dot{\gamma}y \\ \dfrac{dy}{dt} = -\dot{\varepsilon}y \end{cases} \tag{C-8}$$

Les solutions sont donc :

$$\begin{cases} x = \dfrac{a}{2}y_0\exp(\varepsilon) - \dfrac{a}{2}y_0\exp(-\varepsilon) \\ y = y_0\exp(-\varepsilon) \end{cases} \tag{C-9}$$

Le cisaillement apparent est donc : $\gamma_{app} = \dfrac{a}{2}\left[\exp(2\varepsilon)-1\right]$ et en remplaçant $\varepsilon = -\ln(1-r)$, il devient :

$$\gamma_{app} = a\frac{r\,(2-r)}{2\,(1-r)^2} \tag{C-10}$$

Le facteur a est donc obtenu grâce à l'équation :

$$a = \gamma_{app}\frac{2\,(1-r)^2}{r\,(2-r)} \tag{C-11}$$

Résumé :

L'alliage de magnésium AZ31 présente une très faible densité. Cette caractéristique en fait un matériau apprécié pour la conception de structures légères. La limitation principale de son utilisation industrielle est sa mauvaise formabilité et ce en raison de la texture cristallographique des tôles qui s'avère être peu adaptée aux procédés de mise en forme tel que l'emboutissage. Cette texture résultant du laminage initial, l'ambition de ce travail est de la modifier en utilisant la technique de laminage asymétrique et de mesurer l'impact de cette voie sur la formabilité de l'alliage. Il a été montré que l'asymétrie, produite par un différentiel de vitesses de rotation des cylindres du laminoir, induit systématiquement de fortes instabilités plastiques sous forme de bandes de cisaillement. Des techniques de cartographie sur microscope électronique en transmission (ACOM) et à balayage (EBSD) ainsi que des analyses de texture par DRX ont été utilisées pour analyser les mécanismes physiques concourant à l'émergence de cette instabilité. Il résulte de cette analyse que l'asymétrie du laminage provoque une forte activité du système de glissement basal que ne compense ni les autres systèmes ni le maclage. Ceci conduit à une localisation marquée de la déformation plastique et à la ruine du matériau.

Mots clés :

alliages de magnésium, laminage asymétrique, texture cristallographique, cartographie d'orientation, maclage, système de glissement, instabilité plastique.

Abstract:

The low density of the magnesium alloy AZ31 makes it valuable for low weight components. The main limitation for industrial applications is the poor formability of sheets during deep drawing type processing. This is linked to the fibre crystallographic texture resulting from rolling. The objective of the present work is to modify the sheet texture through asymmetrical rolling. It has appeared that the asymmetry promoted by monitoring the roll speeds separately induces plastic instabilities through shear banding. The physical mechanisms involved in the instability were analysed with the help of orientation imaging techniques on transmission electron (ACOM/TEM) and scanning electron (EBSD/SEM) microscopes as well as with X-ray measurements. It is concluded that the shear resulting from the asymmetry in roll speeds promotes a dramatic increase of basal slip that neither twinning nor the activities of other slip systems are able to compensate. Such activity induces strain localisation and premature failure of the material.

Keywords:

magnesium alloy, asymmetric rolling, crystallographic texture, orientation imaging, twins, slips systems, plastic instability