



HAL
open science

Étude expérimentale des mécanismes et hétérogénéités de déformation d'aciers ferroviaires à gradient de microstructure

Adrien Berger

► **To cite this version:**

Adrien Berger. Étude expérimentale des mécanismes et hétérogénéités de déformation d'aciers ferroviaires à gradient de microstructure. Mécanique [physics]. Centrale Lille Institut, 2022. Français. NNT : 2022CLIL0011 . tel-04041416

HAL Id: tel-04041416

<https://theses.hal.science/tel-04041416v1>

Submitted on 22 Mar 2023

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.



THÈSE

Présentée en vue
d'obtenir le grade de

DOCTEUR

En

Spécialité : Mécanique des Solides, des Matériaux, des Structures et des Surfaces

Par

Adrien Berger

DOCTORAT DÉLIVRÉ PAR CENTRALE LILLE

Titre de la thèse :

*Étude expérimentale des mécanismes et hétérogénéités de déformation
d'aciers ferroviaires à gradient de microstructure*

Rapporteuse	<i>Mme Véronique AUBIN, Professeure des universités, CentraleSupélec</i>
Rapporteur	<i>M. Clément KELLER, Professeur des universités, École Nationale d'Ingénieurs de Tarbes</i>
Président	<i>M. Patrick VILLECHAISE, Directeur de recherche CNRS, ISAE-ENSMA</i>
Membre	<i>Mme Marion RISBET, Professeure des universités, Université de Technologie de Compiègne</i>
Membre	<i>M. Rian SEGHIR, Chargé de recherche CNRS, École Centrale de Nantes</i>
Membre	<i>M. Ahmed EL BARTALI, Maître de conférences, Centrale Lille Institut</i>
Invité	<i>M. François DEMILLY, Directeur technique, R&D, MG-Valdunes</i>
Invité	<i>M. Tarik SADAT, Maître de conférences, Université Polytechnique Hauts-de-France</i>
Invitée	<i>Mme Nathalie LIMODIN, Directrice de recherche CNRS, Centrale Lille Institut</i>
Invité	<i>M. Jean-François WITZ, Ingénieur de recherche CNRS, Centrale Lille Institut</i>
Directeur de thèse	<i>M. Denis NAJJAR, Professeur des universités, Centrale Lille Institut</i>
Co-directrice de thèse	<i>Mme Mirentxu DUBAR, Professeure des universités, Université Polytechnique Hauts-de-France</i>

Thèse préparée au Laboratoire de Mécanique, Multiphysique, Multiéchelle (LaMcube)
École Doctorale ENGSYS 632

Ce travail a été réalisé au sein du laboratoire commun CNRS SWIT'lab (MG-Valdunes, LaMcube, École Centrale de Lille, Université de Lille, LAMIH, Université Polytechnique des Hauts de France, CNRS) et a également été soutenu par le projet de recherche ELSAT2020. SWIT'lab et ELSAT2020 sont cofinancés par l'Union européenne (Fond européen de développement régional), l'État français et le Conseil régional des Hauts de France.



ÉTUDE EXPÉRIMENTALE DES MÉCANISMES ET HÉTÉROGÉNÉITÉS DE DÉFORMATION D'ACIERS FERROVIAIRES À GRADIENT DE MICROSTRUCTURE**Résumé**

Les organes de roulement ferroviaires (roues et axes) présentent des gradients de microstructure ferrito-perlitique, c'est-à-dire une variation continue de la taille et de la fraction des constituants de la microstructure (ferrite pro-eutectoïde et perlite eutectoïde). L'impact de ces gradients sur la durée de vie en fatigue est incertain. Cette thèse s'intéresse à une problématique préalable mais nécessaire : l'identification des mécanismes de plasticité de ces aciers ferrito-perlitiques sous sollicitation monotone.

Pour ce faire, une méthodologie expérimentale, s'appuyant sur des mesures de champs cinématiques surfaciques à l'échelle de la microstructure par la méthode de Corrélation d'Images Numériques, a été développée. Les mesures sont superposées sur la microstructure repositionnée et analysées au regard de la taille et de l'orientation cristallographique des constituants de la microstructure en surface. Elles sont complétées après essai par des observations optiques et électroniques de la surface déformée.

Cette méthodologie est appliquée sur dans un premier temps sur une éprouvette de fer pur recristallisée, dont la microstructure ferritique monophasée et à gros grains permet de projeter les mesures cinématiques sur les directions préférentielles de glissement et d'analyser finement les localisations de plasticité. Dans un second temps, l'étude d'une éprouvette à microstructure perlitique, préalablement élaborée en laboratoire permet d'aborder les hétérogénéités de déformation dans le constituant plus complexe qu'est la perlite eutectoïde. Enfin, les essais sont réalisés sur des éprouvettes à microstructure ferrito-perlitique prélevées dans les organes ferroviaires ou élaborées en laboratoire. L'influence respective de la fraction des constituants, de la taille de la microstructure et de l'espacement interlamellaire perlitique est discutée.

Mots clés : microstructure – mesure de champs – plasticité – aciers ferrito-perlitiques – hétérogénéités – localisations

EXPERIMENTAL INVESTIGATION OF THE DEFORMATION MECHANISMS AND HETEROGENEITIES OF RAILWAY STEELS WITH MICROSTRUCTURE GRADIENT**Abstract**

Railway gears (wheels and axles) show ferrite-pearlite microstructure gradients, i.e. a continuous variation in the size and fraction of the microstructure constituents (pro-eutectoid ferrite and eutectoid pearlite). The impact of these gradients on the fatigue life is uncertain. This thesis focuses on a preliminary but necessary problem: the identification of the plasticity mechanisms of these ferrite-pearlite steels under monotonic loading.

To this end, an experimental methodology, based on full-field kinematics surface measurements at the microstructural scale with Digital Image Correlation, has been developed. The measurements are superimposed on the repositioned microstructure and analyzed with respect to the size and crystallographic orientation of the surface microstructure constituents. They are completed after testing by optical and electron observations of the deformed surface.

This methodology is first applied on a recrystallized pure iron specimen, whose single-phase, coarse-grained ferrite microstructure allows to project the kinematic measurements on the preferential slip directions and to analyze finely the plasticity localizations. In a second step, the study of a specimen with pearlite microstructure, previously elaborated in laboratory, allows to investigate strain heterogeneities in the more complex constituent that is eutectoid pearlite. Finally, the tests are carried out on specimens with ferrite-pearlite microstructure extracted from railway gears or elaborated in laboratory. The respective influence of the fraction of constituents, the size of the microstructure and the pearlite interlamellar spacing is discussed.

Keywords: microstructure – full-field measurements – plasticity – ferrite-pearlite steels – heterogeneities – localisations

Remerciements

Je tiens tout d'abord à remercier Mme Véronique Aubin et M. Clément Keller, qui ont accepté de rapporter ce long manuscrit et m'ont autorisé à soutenir. Je remercie également M. Patrick Villechaise, qui m'a fait l'honneur d'être président de mon jury de thèse, ainsi que Mme Marion Risbet et M. Rian Seghir, qui ont examiné ce travail. Plus spécifiquement, je vous remercie, chacun d'entre vous, de vous être déplacés (ou d'avoir prévu de vous déplacer avant que la covid interfère) jusqu'à Lille un jour de déluge pour échanger et réfléchir sur la ferrite et la perlite.

Je souhaite ensuite remercier François Demilly et Stéphane Salengro, et plus globalement MG-Valdunes, de m'avoir fait confiance du début jusqu'à la fin, en m'accordant une grande liberté dans ces recherches tout en gardant un dialogue continu. Je suis conscient d'avoir été un thésard CIFRE particulièrement chanceux et je vous remercie pour cela.

Ce travail n'aurait pas non plus vu le jour sans le SWIT'lab et son directeur, Philippe Dufrénoy, que je remercie pour sa bienveillance. J'associe à ces remerciements Jean-Baptiste Colliat, directeur du LaMcube, qui m'a accueilli dans le laboratoire et offert un cadre de travail formidable pendant plus de trois ans.

Puisque cette thèse, sans doute plus que la moyenne, est le fruit d'un travail collectif, j'adresse maintenant mes plus profonds remerciements à ma direction et à mon encadrement académiques (attention, ils sont nombreux!). Un grand merci à Denis Najjar pour sa pugnacité, son sens du détail et son implication qui font de lui un remarquable directeur de thèse sur lequel j'ai pu m'appuyer. Je remercie Mirentxu Dubar, pour sa gentillesse et ses conseils avisés, qui s'est intégrée parfaitement à l'équipe lilloise depuis Valenciennes. Je remercie aussi Jean-François Witz, pour sa culture scientifique et son suivi quotidien, qui m'a lancé rapidement et efficacement vers le cœur de ce travail. Je remercie bien sûr Nathalie Limodin, pour la qualité de ses remarques et son soutien permanent, qui a accepté de sortir du cadre de la fatigue et de la tomographie en encadrant ce travail. Je remercie enfin Ahmed El Bartali, pour sa disponibilité et sa proximité, qui m'a aidé à guider ce travail tout du long. Plus que tout, vous avez toutes et tous fait preuve d'une belle entente pour m'offrir un entourage professionnel optimal, ce qui est indispensable : merci encore!

Je vous avais prévenu qu'ils étaient nombreux ... et pourtant, je ne peux pas mentionner mon encadrement sans associer à ces remerciements Tarik Sadat et José Gregorio La Barbera Sosa, qui m'ont accompagné dans les préparations d'échantillon fastidieuses, les cartographies EBSD et les essais d'élaboration. Vous m'avez accordé du temps et de l'attention sans contrepartie ni demande, et je vous en suis sincèrement reconnaissant.

Je n'oublie pas non plus toutes les personnes qui m'ont aidé à de multiples reprises et ont ainsi contribué d'une façon ou d'une autre. Merci à François, qui a ressuscité le soldat micromachine

au moins deux fois. Merci à Matthieu, que j'ai embêté à peu près tous les jours pendant trois ans. Merci à Arnaud qui est toujours autant impliqué auprès des doctorants du labo. Merci à Victor pour CRAPPY, et tout le reste. Merci à Karine, Mme Vanessa Fleury, Nathalie et Ana-Maria pour leur support administratif. Merci enfin à tous les collègues, de passage, déjà partis ou permanents, que j'ai eu le plaisir de rencontrer. La liste n'est pas détaillée ici, de peur d'être soit barbant soit non exhaustif, et je sais que vous vous reconnaîtrez. Ce furent trois belles années, et c'est en grande partie grâce à vous.

Sans originalité, mais avec une gratitude et un amour infinis, je conclue ces remerciements pour ma famille : ma sœur, mes parents, et bien sûr ma compagne Alexane, qui m'a accompagné et encouragé tout au long de la thèse. Tu m'as apporté un soutien indéfectible qui m'a aidé dans les périodes compliquées. Merci !

Acronymes

C | E | G | I | M | R | T | V

C

cc Cubique Centrée. 27, 63, 64, 66, 67, 69, 74, 81, 177, 187

cfc Cubique Faces Centrées. 27, 63, 67, 81

cin Corrélation d'Images Numériques. 35, 37–40, 42, 45, 46, 50, 51, 55–58, 60, 61, 65–67, 69–71, 73, 75–77, 84–86, 100, 103, 106, 107, 111, 118, 129, 140, 191

E

ebsd Diffraction des Électrons Rétrodiffusés, ou « Electron BackScatter Diffraction » en anglais. 7, 22, 59–62, 65, 67–69, 74, 76, 77, 91, 94, 99–101, 103–107, 110, 112, 113, 128–130, 187, 189

G

giod désorientation par rapport à l'orientation initiale, ou « Grain Initial Orientation Deviation » en anglais. 75, 76, 81, 90, 91, 189, 192

I

ipf Figure de Pôle Inverse, ou « Inverse Pole Figure » en anglais. 23, 24, 61, 68, 73, 76, 91, 100, 101, 103, 130

M

meb Microscope Électronique à Balayage. 8, 22, 29, 37, 39, 41, 54, 58, 59, 64, 67, 95, 98–101, 103, 106, 108–110, 116–118, 137, 138, 145–149, 200

met Microscope Électronique à Transmission. 95, 96, 117

R

roi Région d'Intérêt (zone avec mouchetis), ou « Region Of Interest » en anglais. 43, 45, 50, 52, 55, 56, 58, 67–72, 76–81, 83, 86–88, 90, 91, 99, 100, 104, 105, 120, 123, 125, 128, 129, 137–143, 145, 146, 149, 191

T

trc Transformations en Refroidissement Continu. 22

tsl Teinte Saturation Luminosité. 88–90

тт Transformations Temps-Température. 20–22, 31

V

vsi Interférométrie à Balayage Vertical, ou « Vertical Scanning Interferometry » en anglais. 57, 59, 67, 145

Sommaire

Résumé	v
Remerciements	vii
Acronymes	ix
Sommaire	xi
Liste des tableaux	xiii
Table des figures	xv
Introduction générale	1
1 Caractérisation des aciers ferroviaires et élaboration de microstructures contrôlées	5
1.1 Caractérisation de la microstructure des organes ferroviaires	5
1.1.1 Axes de nuance EA1N	9
1.1.2 Roues forgées de nuance ER7	12
1.1.3 Comparaison entre le gradient de microstructure caractérisé dans les axes EA1N refoulés à chaud et celui caractérisé dans les roues ER7 forgées trempées revenues	16
1.2 Élaboration de microstructures contrôlées	17
1.2.1 Élaboration de barreaux de composition eutectoïde	18
1.2.2 Élaboration de barreaux de composition hypo-eutectoïde	25
2 Méthode de mesure de champs mécaniques à l'échelle de la microstructure	35
2.1 Corrélation d'Images Numériques à l'échelle de la microstructure	35
2.1.1 Méthode de Corrélation d'Images Numériques	35
2.1.2 Défis imposés par l'échelle microscopique	39
2.1.3 Solution adoptée dans ce travail	41
2.2 Avantages et limites de la méthode : essai exemple	44
2.2.1 Champs cinématiques mesurés après translations de corps rigide dans le plan et hors-plan	45
2.2.2 Résultats de corrélation et champs cinématiques locaux pendant l'essai	48
2.2.3 Superposition des champs mesurés sur la microstructure	54

3 Étude des hétérogénéités et des localisations de déformation en traction monotone dans le constituant ferritique	63
3.1 Hétérogénéités de déformation dans le constituant ferritique : état de l'art	63
3.2 Essai instrumenté sur une éprouvette de fer pur recristallisé	67
3.2.1 Résultats de corrélation	70
3.2.2 Caractérisation de la surface déformée	73
3.2.3 Analyse globale des hétérogénéités et des localisations de déformation . .	77
3.2.4 Analyse à l'échelle des grains des hétérogénéités et des localisations de défor-	
mation	79
3.2.5 Analyse locale des hétérogénéités et des localisations de déformation . . .	83
3.2.6 Discussions	91
4 Étude des hétérogénéités de déformation en traction monotone dans le constituant perlitique	95
4.1 Mécanismes de déformation du constituant perlitique : état de l'art	95
4.2 Essai instrumenté sur une éprouvette à microstructure perlitique	99
4.2.1 Résultats de corrélation	104
4.2.2 Observations de la surface déformée	106
4.2.3 Étude statistique de la déformation	110
4.2.4 Discussions	115
5 Étude des mécanismes et hétérogénéités de déformation en traction monotone des microstructures ferrito-perlitiques	117
5.1 Mécanismes de déformation des microstructures ferrito-perlitiques : état de l'art	117
5.2 Essais instrumentés sur éprouvettes prélevées dans un axe obtenu par refoulement	
à chaud	119
5.2.1 Comparaison des résultats entre les trois éprouvettes	121
5.2.2 Étude approfondie de l'éprouvette R3, prélevée à cœur	128
5.2.3 Discussions	134
5.3 Essais instrumentés sur éprouvettes élaborées en laboratoire	136
5.3.1 Résultats de corrélation	140
5.3.2 Observations de la déformation et de l'endommagement en surface	145
5.3.3 Discussions sur les hétérogénéités de microstructure	150
Conclusion générale	153
Bibliographie	157
A Rappels sur les microstructures ferrito-perlitiques	177
B Dimensions des éprouvettes	185
C Rotation, orientation et désorientation en trois dimensions	187
D Compléments graphiques à l'essai sur le fer pur recristallisé	191
E Corrélation de Spearman	195
F Compléments graphiques aux essais sur éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire	197

Liste des tableaux

1.1	Composition chimique de la nuance EA1N	9
1.2	Caractérisation microstructurale des axes en EA1N	11
1.3	Composition chimique de la nuance ER7	12
1.4	Caractérisation microstructurale des roues trempées en ER7	14
1.5	Composition chimique de la nuance XC72	18
1.6	Traitements thermiques réalisés sur les barreaux de composition eutectoïde . .	20
1.7	Résultats microstructuraux des barreaux de composition eutectoïde élaborés .	23
1.8	Traitements thermiques réalisés sur les barreaux de composition hypo-eutectoïde	26
1.9	Traitements thermiques choisis en vue des essais mécaniques instrumentés sur microstructures ferrito-perlitiques	33
2.1	Erreur de la mesure de déformation par Corrélation d'Images Numériques, après translation rigide dans le plan	46
2.2	Erreur de la mesure de déformation par Corrélation d'Images Numériques, après translation rigide hors-plan plan	48
2.3	Valeur moyenne et écart-type des champs cinématiques mesurés à la fin de l'essai exemple, en fonction de la taille d'élément	52
3.1	Composition chimique du fer ARMCO	67
3.2	Erreurs de la mesure de déformation du dispositif optique utilisé pour l'essai sur le fer pur recristallisé, après translations rigides	70
3.3	Notation des 24 systèmes de glissement appartenant aux familles de plan {110} et {112}	84
5.1	Étude statistique des hétérogénéités de déformation en surface de l'éprouvette prélevée au cœur d'un axe obtenu par refoulement à chaud	133
A.1	Relations entre paramètre procédés et microstructure	181
A.2	Recensement des études reliant paramètres de traitements thermiques et micro- structure du constituant perlitique	183

Table des figures

1.1	Schéma d'un bogie	6
1.2	Estimation de la taille des anciens grains austénitiques	7
1.3	Estimation de l'espacement interlamellaire perlitique	8
1.4	Microstructure, dureté et courbes de traction des axes obtenus par refoulement à chaud	10
1.5	Plan de caractérisation de la roue forgée	12
1.6	Dureté et microstructure de la roue trempée	13
1.7	Résultats d'essais mécaniques sur éprouvettes prélevées dans la roue trempée	15
1.8	Photographies du simulateur Gleeble	18
1.9	Évolution de la taille des grains austénitiques dans les barreaux de composition eutectoïde	19
1.10	Cycles thermiques des essais eutectoïdes	21
1.11	Structure lamellaire des barreaux de composition eutectoïde	22
1.12	Microstructure des barreaux de composition eutectoïde	25
1.13	Cycles thermiques des essais hypo-eutectoïdes	27
1.14	Variation du diamètre des barreaux de composition hypo-eutectoïde	28
1.15	Microstructure des barreaux de composition hypo-eutectoïde	30
1.16	Structure lamellaire perlitique dans le barreau hypo-eutectoïde F	32
2.1	Influence de l'ouverture de l'objectif sur la résolution des images	40
2.2	Influence de la texture sur les résidus de corrélation	41
2.3	Présentation du dispositif optique utilisé et du mouchetis	42
2.4	Superposition de la déformation après essai sur l'image de référence de la corrélation	45
2.5	Correction des distorsions optiques	47
2.6	Courbe contrainte-déformation de l'essai de faisabilité	49
2.7	Évolution des résidus de corrélation	50
2.8	Évolution des composantes de déformation	51
2.9	Champs locaux de déformation en fin d'essai	53
2.10	Champs locaux de déformation pendant la transition élastique-plastique	54
2.11	Repositionnement de la microstructure dans le référentiel de mesure	55
2.12	Champs de déformation superposés à la microstructure	56
2.14	Comparaison des champs de déformation avec micrographies électroniques	59
3.1	Bandes de glissement dans la ferrite	64
3.2	Exemple de déformation locale en surface d'un polycristal ferritique	65
3.3	Microstructure de la surface d'intérêt de l'éprouvette de fer pur recristallisé	68
3.4	Courbe contrainte-déformation de l'éprouvette de fer pur recristallisé	71

3.5	Évolution de la déformation locale en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé	72
3.6	Déformations et rotation locales en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé, après déformation appliquée de 2%	74
3.7	Caractérisation de la surface déformée de l'éprouvette de fer pur recristallisé	75
3.8	Étude statistique des composantes de déformation et de rotation en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé	78
3.9	Étude statistique des hétérogénéités de déformation en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé, à l'échelle des grains	80
3.10	Exemple d'identification des systèmes de glissement activés après décharge élastique	85
3.11	Comparaison entre les bandes de glissement observées en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé, et celles correspondant aux systèmes identifiés comme actifs à partir des mesures cinématiques	87
3.12	Exemple d'identification des systèmes de glissement activés au cours de l'essai	89
3.13	Déformation, mouvements hors-plan et rotation cristallographie dans une zone agrandie de la surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé	91
3.14	Systèmes de glissement actifs dans une zone agrandie de la surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé	92
3.15	Évolution de la déformation et de l'activité de glissement dans une zone agrandie de la surface de l'éprouvette de fer pur recristallisée	93
4.1	Structure de dislocations et bandes de cisaillement dans la perlite	96
4.2	Schémas de la déformation et de l'endommagement de la perlite	97
4.3	Influence de l'espacement interlamellaire sur l'endommagement de la perlite	98
4.4	Vue d'ensemble de l'essai sur éprouvette à microstructure perlitique	100
4.5	Microstructure perlitique en surface de l'éprouvette	103
4.6	Évolution de la distribution de la déformation locale en surface de l'éprouvette à microstructure perlitique	105
4.7	Déformation de von Mises en surface de l'éprouvette à microstructure perlitique	106
4.8	Déformation dans une zone agrandie de la surface de l'éprouvette à microstructure perlitique	108
4.9	Déformation dans une autre zone agrandie de la surface de l'éprouvette à microstructure perlitique	109
4.10	Bandes de glissement intenses en surface de l'éprouvette à microstructure perlitique	110
4.11	Étude statistique de la déformation de von Mises en surface de l'éprouvette à microstructure perlitique	111
4.12	Étude statistique des hétérogénéités de déformation en surface de l'éprouvette à microstructure perlitique, à l'échelle des grains	113
5.1	Exemple de déformation locale dans un agrégat ferrito-perlitique, à l'échelle des lamelles de cémentite	118
5.2	Présentation des essais sur éprouvettes prélevées dans un axe obtenu par refoulement à chaud	120
5.3	Courbes contrainte-déformation macroscopiques et évolutions correspondantes du taux d'écrouissage des éprouvettes prélevées dans un axe obtenu par refoulement à chaud	122

5.4	Évolution de la déformation locale mesurée en surface des éprouvettes prélevées dans un axe obtenu par refoulement à chaud	125
5.5	Déformation locale superposée à la microstructure ferrito-perlitique en surface d'une éprouvette prélevée au cœur d'un axe obtenu par refoulement à chaud	127
5.6	Rapport entre les déformations moyennes dans la ferrite pro-eutectoïde et dans la perlite en surface des éprouvettes prélevées dans un axe obtenu par refoulement à chaud	128
5.7	Microstructure segmentée en surface de l'éprouvette prélevée au cœur d'un axe obtenu par refoulement à chaud	130
5.8	Étude des grains de ferrite pro-eutectoïde localisation la déformation en surface de l'éprouvette prélevée au cœur d'un axe obtenu par refoulement à chaud	132
5.9	Microstructure en surface des éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire	138
5.10	Structure lamellaire de la perlite en surface des éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire	139
5.11	Évolution de la déformation locale mesurée en surface des éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire	143
5.12	Profils de la déformation en surface des éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire	145
5.13	Variations de hauteur de la surface déformée de l'éprouvette I élaborée en laboratoire	146
5.14	Fissure dans la perlite en surface de l'éprouvette I élaborée en laboratoire	147
5.15	Déformation dans la perlite en surface de l'éprouvette I élaborée en laboratoire	148
5.16	Déformation en surface de l'éprouvette J élaborée en laboratoire	149
A.1	Diagramme de phases du système Fer-cémentite	178
A.2	Classification des cristaux de ferrite pro-eutectoïde	179
A.3	Microstructure perlitique vue au MEB et à l'EBSD	180
C.1	Facteur de Schmid et module élastique directionnel de la ferrite en fonction de l'orientation	188
C.2	Distribution de la désorientation dans un matériau cubique non texturé	189
D.1	Cartographie optique de la surface de fer pur recristallisée avant essai	191
D.2	Analyse manuelle des bandes de glissement en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisée	192
D.3	Corrélation entre la rotation cristallographique et la déformation locale en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisée	192
D.4	Discrétisation en domaines intragranulaire et intergranulaire en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisée	192
D.5	Logigramme de l'identification des systèmes de glissement activés à partir des mesures cinématiques après décharge élastique	193
D.6	Logigramme de l'identification des systèmes de glissement activés à partir des mesures cinématiques au cours de l'essai	194
F.1	Images MEB de la structure lamellaire perlitique en surface des éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire	200
F.2	Déformation locale superposée à la microstructure en surface des éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire	201

F.3	Rapport entre les déformations moyennes dans la ferrite pro-eutectoïde et dans la perlite en surface des éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire .	201
-----	---	-----

Introduction générale

195 ans après la mise en service de la première ligne de chemin de fer en France, le trafic ferroviaire (voyageurs) français annuel représente plus de 110 milliards de voyageurs-kilomètres¹, soit environ 11 % du transport intérieur (www.statistiques.developpement-durable.gouv.fr). À l'avenir, l'augmentation de cette proportion est un enjeu écologique majeur, en raison des faibles coûts énergétiques liés à ce mode de transport [Wag21a; Wag21b]. Cela nécessite, d'une part, l'allègement des structures (réduction des émissions, diminution du tonnage des rails et donc des coûts de maintenance et de remplacement de ces derniers), et d'autre part, l'amélioration de la durabilité et de la fiabilité de ces mêmes structures. D'un point de vue scientifique, il convient de s'attaquer aux liens entre la caractérisation et la modélisation des procédés d'élaboration de ces structures, la caractérisation des matériaux utilisés et l'étude et la tenue des composants sous sollicitations représentatives.

C'est dans ce contexte que le laboratoire de recherche commun SWIT'lab², « du matériau aux organes de roulement ferroviaires qualifiés », est né de la collaboration entre les laboratoires LaMcube³ (Université de Lille, École Centrale de Lille, CNRS – UMR 9013) et LAMIH⁴ (Université Polytechnique Hauts-de-France, CNRS – UMR 8201) et la société MG-Valdunes⁵, acteur mondial de la fabrication d'axes et de roues ferroviaires. Les objectifs du SWIT'lab sont principalement d'optimiser les procédés d'élaboration des organes de roulement ferroviaires (roues et axes), de réduire leurs coûts de maintenance et de mieux prédire leur durée de vie.

L'étude de la microstructure ferrito-perlitique des aciers à roues et axes ferroviaires est transversale à ces trois objectifs. En effet, il est bien connu que la durée de vie en fatigue des organes de roulement ferroviaire sous sollicitations complexes dépend directement de leur microstructure, qui dépend elle-même directement du procédé d'élaboration (mise en forme, traitement thermique, usinage) : c'est le continuum paramètres procédé - microstructure - propriétés mécaniques. En parallèle, les organes de roulement ferroviaires sont susceptibles de présenter une variation graduelle de microstructure, telle que caractérisée dans [Bau15] et [Lan13]. Ce « gradient de microstructure » résulte des hétérogénéités de déformation plastique (pendant la mise en forme) et de vitesses de refroidissement (traitements thermiques) entre la surface et le cœur des pièces, conséquences de la massivité des organes de roulement ferroviaires. L'impact de ces gradients de microstructure sur la durée de vie en fatigue est incertain. Ainsi, le besoin de prendre en compte ces gradients de microstructure, et la microstructure ferrito-perlitique au sens large, dans le dimensionnement en fatigue des organes ferroviaires est le point de départ de ce travail de thèse.

1. Un voyageur-kilomètre équivaut au transport d'une personne sur un kilomètre.

2. www.switlab.cnrs.com

3. lamcube.univ-lille.fr. Le LaMcube est reconnu dans le domaine de la fatigue et des sollicitations de contact.

4. www.uphf.fr/LAMIH/fr/. Le LAMIH est reconnu dans le domaine des procédés d'élaboration et de mise en forme.

5. www.valdunes.com

Dans un travail préalable, Baudoin a étudié les propriétés mécaniques de matériaux à gradient de microstructure [Bau15]. Premièrement, à l'aide d'essais de traction instrumentés et d'un dialogue expérimental-numérique, il a été montré qu'une distribution hétérogène de limites élastiques, suivant une loi de Hall-Petch⁶, pouvait modéliser fidèlement une distribution hétérogène de taille de grains dans le fer pur recristallisé. Ce matériau a été choisi car il permet une étude simplifiée des mécanismes de plasticité du constituant ferritique d'une microstructure ferrito-perlitique. Deuxièmement, Baudoin a simulé numériquement l'influence d'un gradient de taille de grains sur la tenue en fatigue d'éprouvettes entaillées. Les résultats correspondants prévoient un impact potentiellement bénéfique du gradient de microstructure. De plus, la déformation plastique cumulée locale a été identifiée comme étant un paramètre pertinent vis-à-vis de l'amorçage de fissures.

Ainsi, une première perspective du travail de Baudoin est de confronter les simulations à des essais de fatigue où la déformation plastique est mesurée à l'échelle de la microstructure. La mesure de champs cinématiques à l'aide de la méthode de Corrélation d'Images Numériques est une solution évidente [SOS09; WB21; ASL13], qui peut être couplée avec de la thermographie infrarouge afin de réaliser des bilans d'énergie locaux [Bod08; Seg12]. Elle peut également être comparée à des mesures de l'orientation cristallographique locale afin de prendre en compte le comportement polycristallin du matériau. Néanmoins, obtenir des mesures précises avec une résolution spatiale microscopique s'accompagne d'un certain nombre de défis, d'autant plus que l'échelle caractéristique des gradients de microstructure (environ 100 nm) est très supérieure à l'échelle (microscopique) de la microstructure. Une seconde perspective du travail de Baudoin est l'extension des résultats obtenus sur le fer pur recristallisé aux microstructures ferrito-perlitiques, dont les mécanismes de déformation sont relativement peu documentés [VH22]. Ces microstructures sont plus complexes car elles présentent deux constituants : la ferrite pro-eutectoïde et la perlite eutectoïde. De plus, cette dernière est multi-échelle et biphasée car formée de colonies micrométriques constituées à l'échelle nanométrique de lamelles alternées de ferrite eutectoïde et de cémentite eutectoïde.

Au regard de ces défis scientifiques, il apparaît que l'étude de l'influence d'un gradient de microstructure ferrito-perlitique sur la durée de vie en fatigue requiert au préalable l'étude des mécanismes et hétérogénéités de déformation monotone, à l'échelle de la microstructure, de microstructures ferrito-perlitiques avec et sans gradient. C'est précisément l'objectif scientifique du présent travail de thèse : acquérir et consolider des données expérimentales de la déformation d'aciers ferroviaires (ferrite pro-eutectoïde, perlite eutectoïde, ferrite-perlite) à l'échelle de la microstructure, et étudier les mécanismes de déformation monotone de ces différentes microstructures à cette même échelle, au regard de divers paramètres tels que l'orientation cristallographique locale.

Afin de répondre à cette problématique, le manuscrit est divisé en cinq chapitres.

Dans le premier chapitre, après une courte présentation des organes de roulement ferroviaires, les microstructures ferrito-perlitiques en sortie de différents procédés de mise en forme et/ou de traitement thermique des axes et des roues sont présentées. Certains de ces procédés engendrent des gradients de microstructure. Le comportement mécanique macroscopique d'éprouvettes prélevées à différentes positions dans les axes et les roues est discuté en fonction de la microstructure correspondante. D'autres éprouvettes de plus petite taille sont prélevées pour alimenter les futurs essais mécaniques instrumentés à l'échelle de la microstructure. En complément, des éprouvettes à microstructure contrôlée sont élaborées en laboratoire afin d'isoler un ou plusieurs paramètres microstructuraux et leur influence sur les mécanismes de déformation. La

6. La limite d'élasticité augmente lorsque la taille de grain diminue, et ce proportionnellement à l'inverse de la racine carrée de la taille de grain.

dernière partie du premier chapitre est ainsi consacrée à l'élaboration de ces éprouvettes, à partir de deux nuances d'aciers différentes : la nuance XC72, de teneur en carbone proche de la composition eutectoïde, pour la campagne d'élaboration de microstructures entièrement perlitiques, et la nuance à roues ER7 pour la campagne d'élaboration de microstructures ferrito-perlitiques.

Le deuxième chapitre détaille la méthodologie expérimentale développée dans ce travail de thèse. Cette dernière a pour objectif d'obtenir des mesures cinématiques de grande précision et dont la résolution spatiale est suffisamment fine pour pouvoir analyser les hétérogénéités au regard des microstructures présentées dans le premier chapitre. La combinaison de ces deux contraintes est non triviale. De plus, il est important de noter que la méthodologie développée dans ce travail doit pouvoir être étendue, en perspective de cette thèse, à l'étude d'un gradient de microstructure sous chargement cyclique, éventuellement couplée avec des mesures thermiques, et que les mesures expérimentales doivent pouvoir être comparées à la simulation de la déformation d'un « jumeau numérique » de l'éprouvette. Pour toutes ces raisons, la méthodologie expérimentale mise en place s'appuie sur l'acquisition d'images optiques hautement résolues de la surface d'éprouvettes sollicitées en traction monotone. La méthode de Corrélation d'Images Numériques permet ensuite de calculer les champs de déplacements locaux, et de déformation par dérivation de ces derniers, à partir de la correspondance des niveaux de gris des images acquises pendant l'essai. Enfin, la microstructure en surface de l'éprouvette, caractérisée avant l'essai par microscopie optique et diffraction des électrons rétro-diffusés, est repositionnée dans le référentiel des champs cinématiques mesurés pendant l'essai, où elle peut être segmentée. Les points forts et limites de la méthode sont discutés dans le cadre d'un essai exemple sur une éprouvette prélevée dans un organe de roulement ferroviaire.

Dans le troisième chapitre, les hétérogénéités et localisations de déformation dans la ferrite pro-eutectoïde sont étudiées à l'aide d'un essai de traction, instrumenté par Corrélation d'Images Numériques, sur une éprouvette de fer pur recristallisée. La microstructure monophasée et à gros grains de cette dernière permet de mettre en place la stratégie et les méthodes d'analyses utilisées dans ce travail. Les résultats présentés dans ce chapitre servent de référence pour l'étude des polycristaux (interactions entre grains de morphologie et d'orientation différentes) et la compréhension des relations entre microstructure, orientation cristallographique et évolution de la déformation.

En s'appuyant sur cette stratégie progressive, le quatrième chapitre se concentre sur le constituant perlitique, plus complexe. Ses hétérogénéités de déformation sont étudiées également à l'aide d'un essai de traction, instrumenté par Corrélation d'Images Numériques, sur une éprouvette à microstructure perlitique contrôlée élaborée dans le premier chapitre. Les champs de déformation sont analysés en lien avec l'orientation cristallographique locale des nodules de perlite et l'orientation géométrique des lamelles de cémentite, via microscopie électronique à balayage, afin de tenter de répondre à la question : quelles sont les unités microstructurales pertinentes de la perlite vis-à-vis de la réponse à une sollicitation monotone ?

Enfin, le cinquième et dernier chapitre s'intéresse aux microstructures ferrito-perlitiques. Son objectif est, d'une part, d'étudier l'influence relative de divers paramètres microstructuraux sur les mécanismes et hétérogénéités de déformation d'éprouvettes à microstructure ferrito-perlitique, et d'autre part, de prendre en compte les interactions entre les deux constituants. Pour ce faire, deux types d'éprouvettes sont utilisées : des éprouvettes prélevées dans les organes de roulement ferroviaires où un gradient de microstructure (fraction des constituants, taille de la microstructure) a été caractérisé, et des éprouvettes élaborées en laboratoire, à microstructure contrôlée, où l'influence de la distance interlamellaire perlitique est isolée.

Pour finir, ce manuscrit se conclue sur les conclusions et perspectives de ce travail de thèse.

Par ailleurs, il est souligné qu'aucun chapitre n'est consacré exclusivement aux connaissances bibliographiques, mais que ces dernières sont disséminées au fil du manuscrit, généralement au début de chaque chapitre. En particulier, le premier chapitre s'appuie profondément sur l'annexe A, qui est constituée de rappels concernant la formation, les propriétés mécaniques et la caractérisation des microstructures ferrito-perlitiques. Le deuxième chapitre mentionne les solutions expérimentales existantes qui se rapprochent de l'objectif visé et qui ont guidé le développement expérimental de ces travaux de thèse. Le troisième chapitre détaille les hétérogénéités de déformation caractéristiques des polycristaux métalliques, ainsi que les mécanismes de déformation de la ferrite pro-eutectoïde et de la perlite eutectoïde établis dans la littérature. Enfin, le quatrième chapitre présente les quelques études consacrées aux localisations de déformation mesurées dans les microstructures ferrito-perlitiques.

Caractérisation des aciers ferroviaires et élaboration de microstructures contrôlées

Les aciers utilisés pour la production des organes de roulement ferroviaires sont des aciers peu alliés avec une teneur massique en carbone inférieure à 0,8 %. À l'issue des étapes de mise en forme et de traitement thermique, ces aciers hypo-eutectoïdes présentent une microstructure ferrito-perlitique. La proportion, la taille et la morphologie de ces deux constituants, la ferrite pro-eutectoïde et la perlite eutectoïde, dépendent de la composition chimique de l'acier et des paramètres d'élaboration (tels que la température d'austénitisation et la vitesse de refroidissement). L'annexe A est notamment consacrée à des rappels sur les microstructures ferrito-perlitiques. Dans un premier temps, la section 1.1 présente quelques microstructures caractérisées dans les axes et roues produits chez la société MG-Valdunes, partenaire principal de ce travail. Ensuite, dans le but d'étudier les différences de comportement mécanique entre les microstructures caractérisées, il est intéressant d'isoler un ou plusieurs paramètres microstructuraux et leur influence sur les mécanismes de déformation. Ainsi, dans un second temps, des échantillons à microstructure contrôlée ont été élaborés par traitement thermique en laboratoire, et la campagne d'élaboration est présentée dans la section 1.2.

1.1 Caractérisation de la microstructure des organes ferroviaires

Présentation des organes ferroviaires

Le guidage des trains est réalisé par les bogies. Ces éléments, qui peuvent assurer les rôles de freinage, suspension et parfois même de traction, sont généralement équipés de deux essieux montés comme illustré sur la figure 1.1. L'appellation essieu monté renvoie à un axe sur lequel sont assemblés les organes de roulement (en particulier les roues). La société MG-Valdunes est un acteur mondial de la fabrication d'essieux ferroviaires montés.

En service, les axes sont principalement sollicités en flexion rotative cyclique et en fretting-fatigue au niveau des portées de calage où les organes de roulement sont montés par frettage [Zer+13]. Leur durée de vie, généralement de plusieurs millions de cycles, est longue au regard de celles des autres organes ferroviaires et demande un dimensionnement à la fatigue à grand

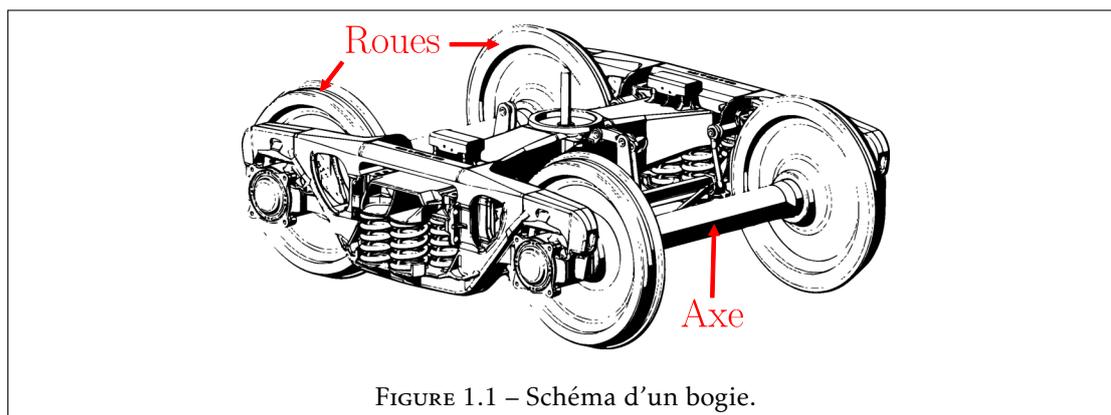


FIGURE 1.1 – Schéma d'un bogie.

nombre de cycles. En conséquence ils sont principalement élaborés à partir d'aciers à faible teneur massique en carbone afin de présenter une certaine ténacité. Industriellement, les lingots d'acier sont mis en forme par laminage et/ou forgeage. L'axe obtenu subit alors un traitement thermique qui est fonction de la nuance d'acier. En particulier, les axes en EA1N (détaillés dans la sous-section 1.1.1) subissent un traitement d'austénitisation prolongé à une température proche de 900°C puis un recuit de normalisation à 800°C .

Les roues sont également sollicitées par des chargements cycliques mécaniques et thermiques en conséquence du freinage [EK05]. Cependant, contrairement aux axes, il est question de fatigue de contact suite à la répétition du contact roue/rail. L'endommagement est ici localisé en surface et en sous-surface de la bande de roulement de la roue. Une dureté appréciable est alors requise en proche surface afin de minimiser l'amorçage de fissures. Une certaine ténacité est toujours demandée en profondeur afin de ne pas provoquer de rupture brutale en cas de fissure profonde initiée sur des défauts microstructuraux de type inclusions. La recherche d'un bon compromis entre dureté et ténacité invite à utiliser des aciers à moyenne teneur en carbone tels que la nuance ER7, détaillée dans la sous-section 1.1.2. La forme de la roue est obtenue à partir d'un lopin par plusieurs opérations dont le forgeage à chaud sous presse. Les roues forgées sont ensuite austénitisées à environ 900°C puis trempées superficiellement par projection d'eau sur la bande de roulement. Un revenu aux alentours de 500°C est enfin réalisé pour détendre les contraintes résiduelles de trempe.

Méthodes de caractérisation

À travers l'annexe A, consacrée à des rappels sur les microstructures ferrito-perlitiques (constituant monphasé ferritique pro-eutectoïde, constituant biphasé perlitique formé de ferrite eutectoïde et de cémentite eutectoïde, relations entre paramètres procédé et microstructure puis relations entre microstructure et comportement mécanique monotone), il apparaît que la caractérisation robuste d'une microstructure ferrito-perlitique implique la détermination de la fraction volumique de chaque constituant, de la taille moyenne des cristaux de ferrite pro-eutectoïde, de la taille moyenne des nodules perlitiques et de la distance interlamellaire moyenne du constituant perlitique. Cela passe préalablement par la préparation de la surface des échantillons. Dans ce travail, les surfaces sont d'abord pré-polies avec des papiers abrasifs SiC (grade final 4000) puis polies miroir à l'aide de particules diamantées de granulométrie décroissante allant jusqu'à $0,25\ \mu\text{m}$. La microstructure est ensuite révélée par attaque chimique d'une solution de Nital 2 % pendant dix à vingt secondes. Enfin, les méthodes de caractérisation

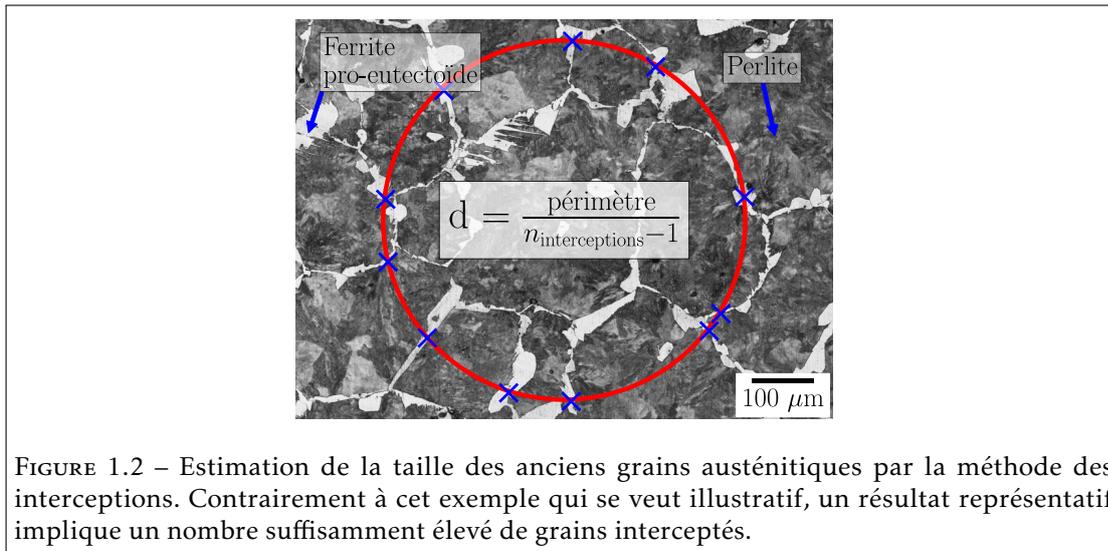
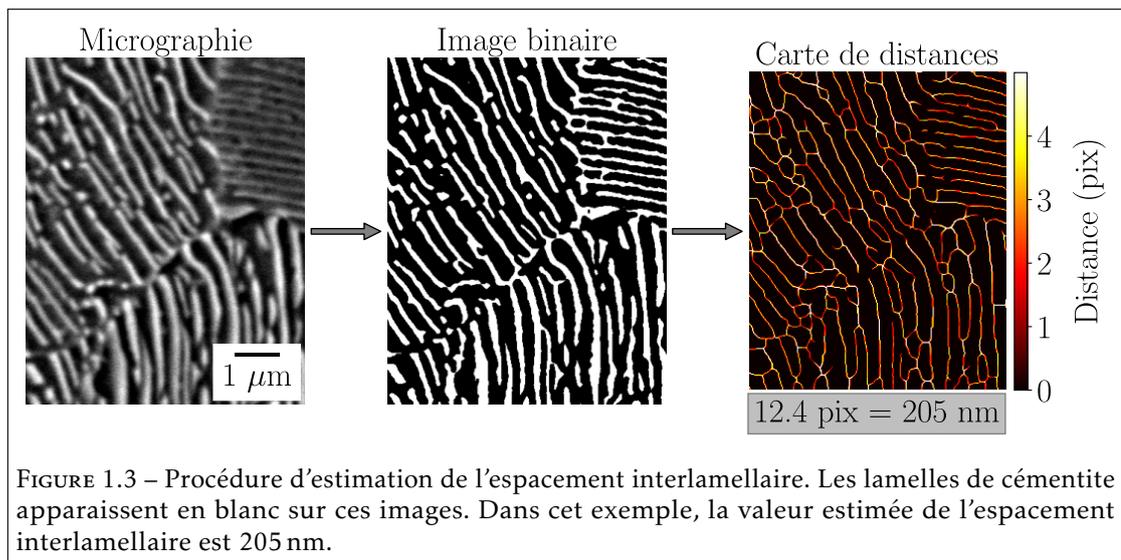


FIGURE 1.2 – Estimation de la taille des anciens grains austénitiques par la méthode des interceptions. Contrairement à cet exemple qui se veut illustratif, un résultat représentatif implique un nombre suffisamment élevé de grains interceptés.

utilisées sont les suivantes :

- **Fraction volumique de ferrite pro-eutectoïde et de perlite :** Les micrographies optiques de la microstructure révélée par attaque Nital prolongée présentent un contraste de niveaux de gris marqué entre les deux constituants. En microscopie en champ clair, la ferrite pro-eutectoïde et la perlite apparaissent blanche et sombre respectivement. Un seuillage global de la micrographie donne alors immédiatement les fractions surfaciques de chaque constituant, supposées égales aux fractions volumiques si la microstructure est isotrope.
- **Taille moyenne des grains ferritiques :** Une méthode de mesure immédiate de la taille de grain moyenne dans une microstructure entièrement ferritique est la méthode des interceptions qui consiste à compter le nombre de fois qu'une ligne (ou un cercle) intercepte un joint [VV84]. Malheureusement cette méthode ne fonctionne plus dans le cas d'une microstructure bi-constituant. Il est alors possible d'utiliser la méthode des grains isolés. Cette dernière consiste à mesurer la taille des trois plus gros grains de taille similaire visibles sur la micrographie.
- **Taille moyenne des nodules perlitiques :** Comme le montre la figure A.3 dans l'annexe A, la caractérisation de la taille moyenne de nodules perlitiques n'est pas accessible à l'aide de seules micrographies électroniques mais nécessite l'information de l'orientation cristallographique. L'orientation cristallographique est usuellement mesurée à l'aide de la méthode de Diffraction des Électrons Rétrodiffusés, ou « Electron BackScatter Diffraction » en anglais (EBSD) [Hum01]. Cependant cette méthode, non disponible pendant la première moitié de ces travaux de thèse, impose une préparation autrement plus exigeante de la surface des échantillons. Une solution est alors d'estimer la **taille des anciens grains austénitiques** qui est corrélée à la taille des nodules perlitiques. La méthode des interceptions est utilisée pour cette mesure, en profitant du fait que la ferrite pro-eutectoïde se forme en majorité au niveau des anciens joints de grains austénitiques. La figure 1.2 illustre cette stratégie.
- **Distance interlamellaire moyenne :** L'espacement interlamellaire peut également être estimé à partir de la méthode des interceptions sur des micrographies électroniques

à fort grossissement. Néanmoins, la mesure dépend de la relation entre l'orientation géométrique des lamelles et le plan de polissage. En particulier la valeur mesurée est toujours supérieure à la valeur réelle, sauf si le plan d'observation est normal au plan des lamelles [RGB80]. Il convient alors de réaliser un nombre important de mesures pour s'approcher de l'espacement interlamellaire réel, ce qui est coûteux en temps. L'alternative adoptée dans ce travail est basée sur des méthodes d'analyse d'images et appliquée à des micrographies électroniques contenant plusieurs nodules. Les images sont binarisées à l'aide d'un seuillage adaptatif et la distance locale jusqu'à la lamelle de cémentite la plus proche est calculée depuis une carte de distances de la micrographie binaire. Enfin, une valeur moyenne de distance est retournée pour chaque micrographie en ne prenant en compte que les pixels correspondant au squelette de la matrice ferritique, c'est-à-dire les pixels à équidistance de deux lamelles de cémentite. La valeur de sortie, qui correspond à une distance moyenne par rapport aux lamelles de cémentite, est multipliée par deux pour obtenir l'espacement interlamellaire moyen sur la micrographie. La procédure a été implémentée à l'aide du langage de programmation Python et de la bibliothèque de traitement d'images OpenCV [Bra00]. Elle est résumée sur la figure 1.3. Cette méthode permet d'obtenir un résultat statistique en un temps restreint. Des techniques similaires ont déjà été présentées pour mesurer la fraction de cémentite lamellaire [Wal+08].



Dans cette section (caractérisation des microstructures des axes et roues), ces méthodes ont été appliquées à partir i) de micrographies optiques acquises avec un microscope optique Nikon Eclipse MA200 équipé d'une caméra DS-FI2 (dotée d'un capteur couleur de 2560×1920 pixels) et du logiciel d'acquisition NIS-Elements et ii) de micrographies électroniques acquises avec un Microscope Électronique à Balayage (MEB) thermo-ionique Hitachi S-3600N. Les résultats sont renseignés sous la forme $\mu \pm \sigma$ où μ et σ sont respectivement la valeur moyenne et l'écart-type des mesures.

1.1.1 Axes de nuance EA1N

Microstructure et propriétés en traction résultant des procédés conventionnels de mise en forme d'axes pleins

L'EA1N est une des principales nuances à axes pleins utilisée par MG-Valdunes. Il s'agit d'un acier mi-dur contenant également du manganèse. Sa composition chimique est renseignée dans le tableau 1.1. Les microstructures issues des procédés industriels conventionnels d'élaboration d'axes par MG-Valdunes (laminage et/ou forgeage puis austénitisation et normalisation) présentent une microstructure homogène, donc qui ne dépend pas de la profondeur sous la surface de l'axe. Dans ce travail, la microstructure d'un axe forgé a été caractérisée : la proportion entre les constituants ferritiques et perlitiques est partagée, la taille moyenne des grains parents austénitiques est de l'ordre de 30 μm et la taille moyenne des grains de ferrite pro-eutectoïde est d'environ 20 μm . L'espacement interlamellaire perlitique moyen n'a pas été caractérisé. Ces résultats de caractérisation sont similaires à ceux des axes laminés, à l'exception de la formation de bandes de perlite suivant la direction de laminage dans les axes laminés [Bau15]. Ainsi, pour les axes obtenus par forgeage ou par laminage, les propriétés monotones résultantes sont une limite élastique de l'ordre de 350 MPa, une contrainte à rupture d'environ 600 MPa et un allongement à rupture d'environ 30 % [données MG-Valdunes].

Éléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Ni	V
% m.	0.36- 0.4	0.3- 0.5	0.84- 1.20	<0.02	<0.02	0.16- 0.30	0.11- 0.30	<0.08	0.09- 0.30	<0.06

TABLEAU 1.1 – Composition chimique de la nuance EA1N, selon la norme NF EN 13261.

Microstructure et propriétés en traction résultant du procédé de mise en forme par refoulement à chaud

Un autre procédé de mise en forme des axes (pleins) a été pensé en amont d'un projet de fabrication d'axes creux, permettant une diminution de la masse embarquée ce qui est particulièrement intéressant au regard des problématiques énergétiques et environnementales actuelles. Ce procédé implique une opération de refoulement à chaud à 1250°C au niveau des portées de calage. Contrairement aux procédés industriels conventionnels, la microstructure résultante présente, au niveau des portées de calage, un gradient de fraction volumique et de taille de constituants. Ce gradient a déjà été caractérisé dans la thèse de Baudoin. [Bau15], où il avait été rapporté que i) il s'étend depuis la surface de la portée de calage jusqu'au cœur de celle-ci, soit sur une longueur caractéristique d'environ 90 mm, ii) la fraction volumique de perlite et la taille des deux constituants augmentent avec la profondeur, au niveau des portées de calage où a lieu l'opération de refoulement et iii) toutefois, la dureté y est homogène : elle ne varie pas avec la profondeur. Ces observations appartenant à la thèse de Baudoin sont illustrées sur la figure 1.4. En complément, des essais de traction monotone macroscopiques réalisés dans le même travail ont montré peu de différence entre des éprouvettes prélevées à différentes profondeurs et orientation, à l'exception d'une légère diminution de la limite élastique avec l'augmentation de la taille de la microstructure (320 MPa pour les prélèvements d'éprouvettes « associés à une taille de grains plus fine » – repères « 0 deg » et « 90 deg » sur la figure 1.4c – contre 300 MPa pour ceux « au sein duquel la taille de grains est plus importante » – repère « 45 deg » – sur la même figure), malgré l'augmentation concomitante de la fraction de perlite.

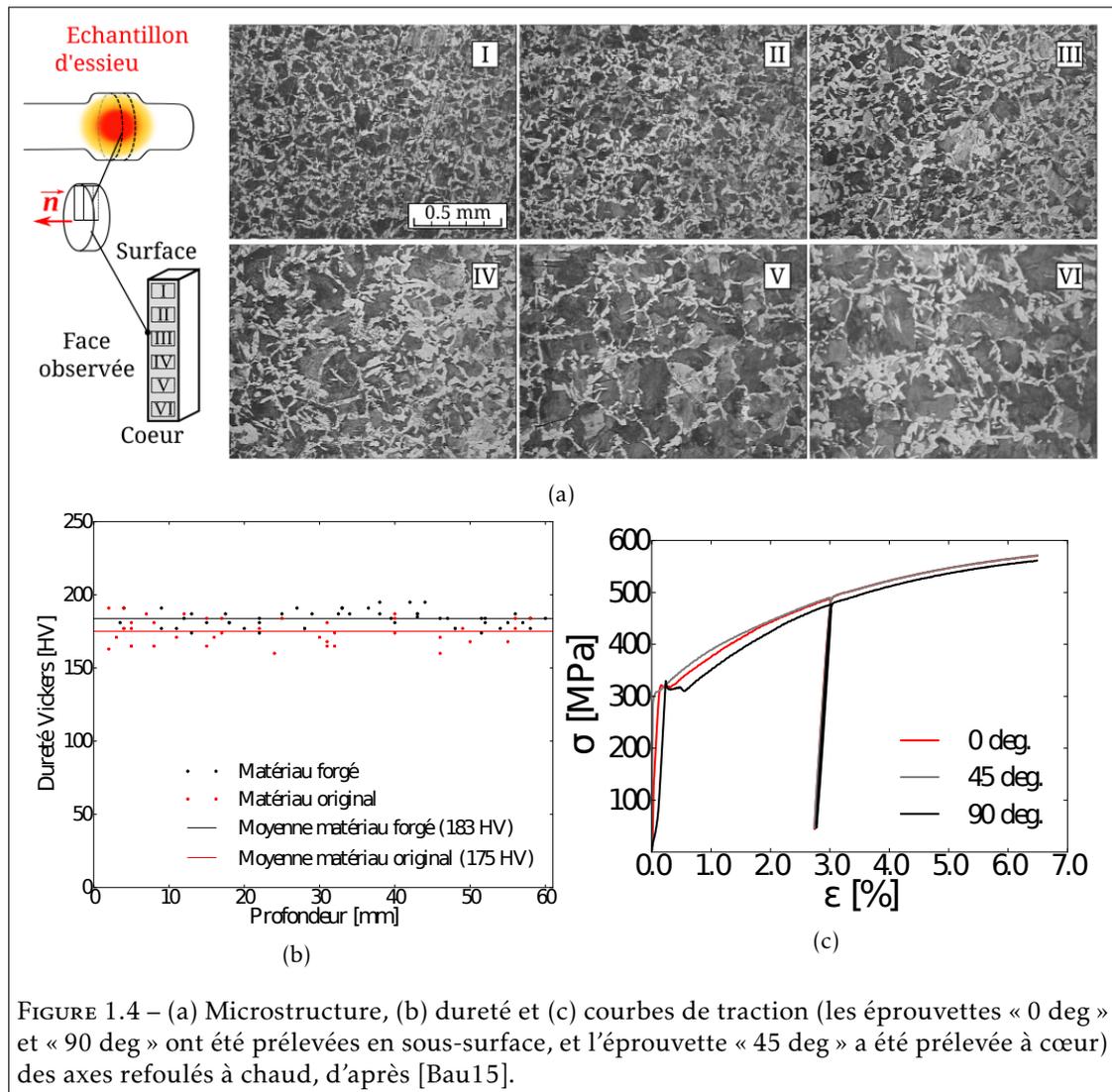


FIGURE 1.4 – (a) Microstructure, (b) dureté et (c) courbes de traction (les éprouvettes « 0 deg » et « 90 deg » ont été prélevées en sous-surface, et l'éprouvette « 45 deg » a été prélevée à cœur) des axes refoulés à chaud, d'après [Bau15].

Les résultats microstructuraux et de dureté de Baudoin ont été confirmés dans le présent travail de thèse après caractérisation de la microstructure d'éprouvettes issues de différentes profondeurs sous la portée de calage d'un axe refoulé à chaud. En surface, la fraction volumique de perlite est d'environ 60%. La taille des anciens grains austénitiques est d'environ 90 μm . La taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde est d'environ 40 μm . L'espacement interlamellaire perlitique moyen est égal à environ 260 nm. À cœur, la fraction volumique de perlite atteint 80%. La taille des anciens grains austénitiques est estimée égale à 300 μm . La taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde moyenne est de 60 μm et des structures de Widmanstätten sont observées. Enfin, la distance interlamellaire moyenne de la perlite a légèrement augmenté et est égale à environ 280 nm. Ces résultats sont synthétisés dans le tableau 1.2. En revanche, aucune campagne expérimentale macroscopique n'a été menée dans le présent travail de thèse, mais des essais instrumentés à l'échelle de la microstructure sur des éprouvettes prélevées à différentes profondeurs ont été réalisés. Ils sont présentés dans le chapitre 5, section 5.2.

	Fraction volumique de perlite (%)	Taille des anciens grains austénitiques (μm)	Taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde (μm)	Distance interlamellaire perlitique (nm)
Procédés industriels conventionnels ^a	52 \pm 2	46 \pm 8	32 \pm 6	
Refolement à chaud (surface) ^b	61 \pm 6	91 \pm 8	42 \pm 7	260 \pm 46
Refolement à chaud (cœur) ^b	80 \pm 4	305 \pm 18	58 \pm 9	279 \pm 38

TABLEAU 1.2 – Caractérisation microstructurale des axes en EA1N.

a. Fraction perlitique : 10 mesures; Taille des anciens grains austénitiques : 6 mesures; Taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde : 30 mesures.

b. Fraction perlitique : 5 mesures; Taille des anciens grains austénitiques : 5 mesures; Taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde : 15 mesures; Distance interlamellaire : 10 mesures.

Discussions

Les différences principales du procédé de refolement à chaud à 1250°C par rapport aux procédés conventionnels sont i) l'augmentation de la taille de la microstructure, et ii) l'observation d'un gradient de microstructure : la fraction de perlite, la taille des deux constituants et la fraction de structures de Widmanstätten augmentent avec la profondeur sous la surface. L'augmentation de la taille de la microstructure se traduit par une légère diminution de la limite élastique (300-320 MPa, comme indiqué par les essais de caractérisation mécanique effectués par Baudoin, contre 350 MPa pour les procédés industriels), alors que les fractions de perlite sont plus élevées. En revanche, ces mêmes essais n'ont pas mis en évidence de différence de comportement.

Concernant plus particulièrement les axes obtenus par refolement à chaud, d'une part, il peut paraître surprenant au premier abord de constater que les fractions de perlite et de structures de Widmanstätten augmentent avec la profondeur sous la surface, alors qu'il a été rappelé dans l'annexe A que ces deux paramètres microstructuraux diminuent lorsque la vitesse de refroidissement diminue, ce qui est a priori le cas lorsque la profondeur sous la surface augmente. Cela signifie que l'augmentation de ces fractions est expliquée majoritairement par la (forte) augmentation de la taille des anciens grains austénitiques avec la profondeur sous la surface, comme énoncé également dans l'annexe A¹. D'autre part, la différence de microstructure entre la surface et le cœur ne se répercute pas de manière significative dans les courbes de traction. L'impact de la microstructure des axes obtenus par refolement à chaud sur les propriétés en traction est discuté plus en détails dans la sous-section 1.1.3, au regard des résultats de caractérisation dans les roues forgées de nuance ER7.

1. Toutefois, en l'absence de mesures précises du procédé de mise en forme par refolement à chaud (non réalisées dans ce travail), il n'est pas évident d'expliquer avec certitude la raison de la variation de la taille des anciens grains austénitiques

1.1.2 Roues forgées de nuance ER7

Deux roues en acier ER7, issues du même lot matière de composition indiquée dans le tableau 1.3, ont été sélectionnées. La première a suivi le traitement thermique industriel complet (austénitisation puis trempe superficielle et revenu) tandis que la seconde a été refroidie lentement à l'air libre après le traitement d'austénitisation (pas de projection d'eau). À noter que pour des raisons pratiques, la roue non trempée a également subi un revenu ; son impact peut raisonnablement être considéré comme négligeable. Par souci d'allègement du texte, même si les deux roues ont subi un revenu, la première sera appelée roue trempée et la seconde roue non trempée. Une tranche a été prélevée dans chacune des deux roues. Des mesures de dureté ainsi que des analyses microstructurales ont été réalisées sur les deux tranches ; le plan de caractérisation correspondant est résumé sur la figure 1.5b.

Éléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Ni	V	Al
% m.	0.515	0.335	0.711	0.008	0.009	0.237	0.027	0.004	0.011	0.002	0.02

TABLEAU 1.3 – Composition chimique du lot matière ER7 étudié, mesurée par Spectroscopie à Émission Optique et transmis par MG-Valdunes.

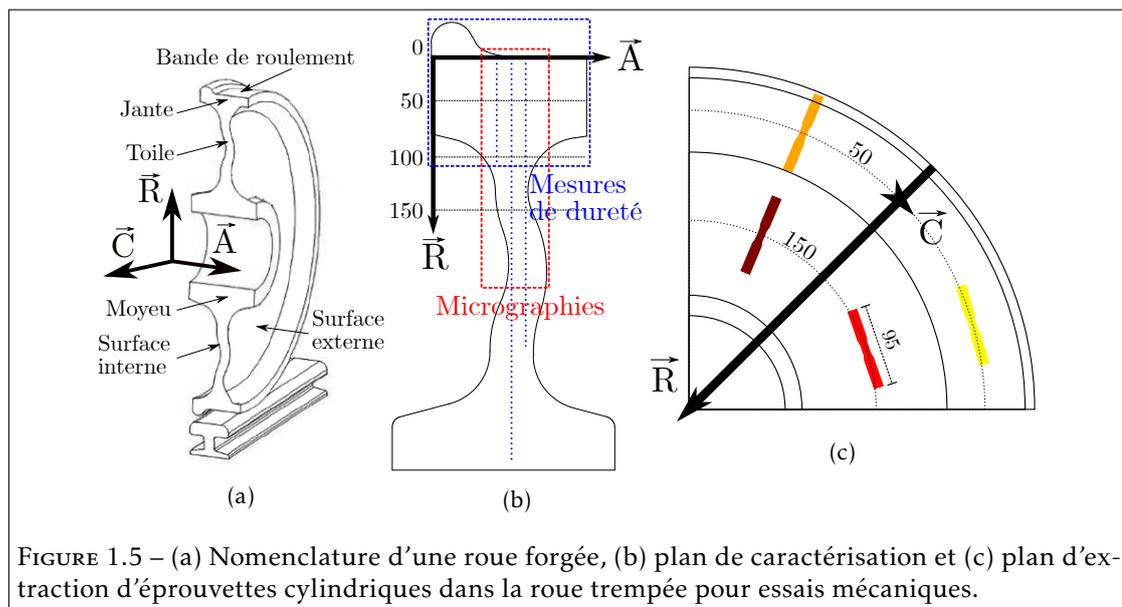


FIGURE 1.5 – (a) Nomenclature d'une roue forgée, (b) plan de caractérisation et (c) plan d'extraction d'éprouvettes cylindriques dans la roue trempée pour essais mécaniques.

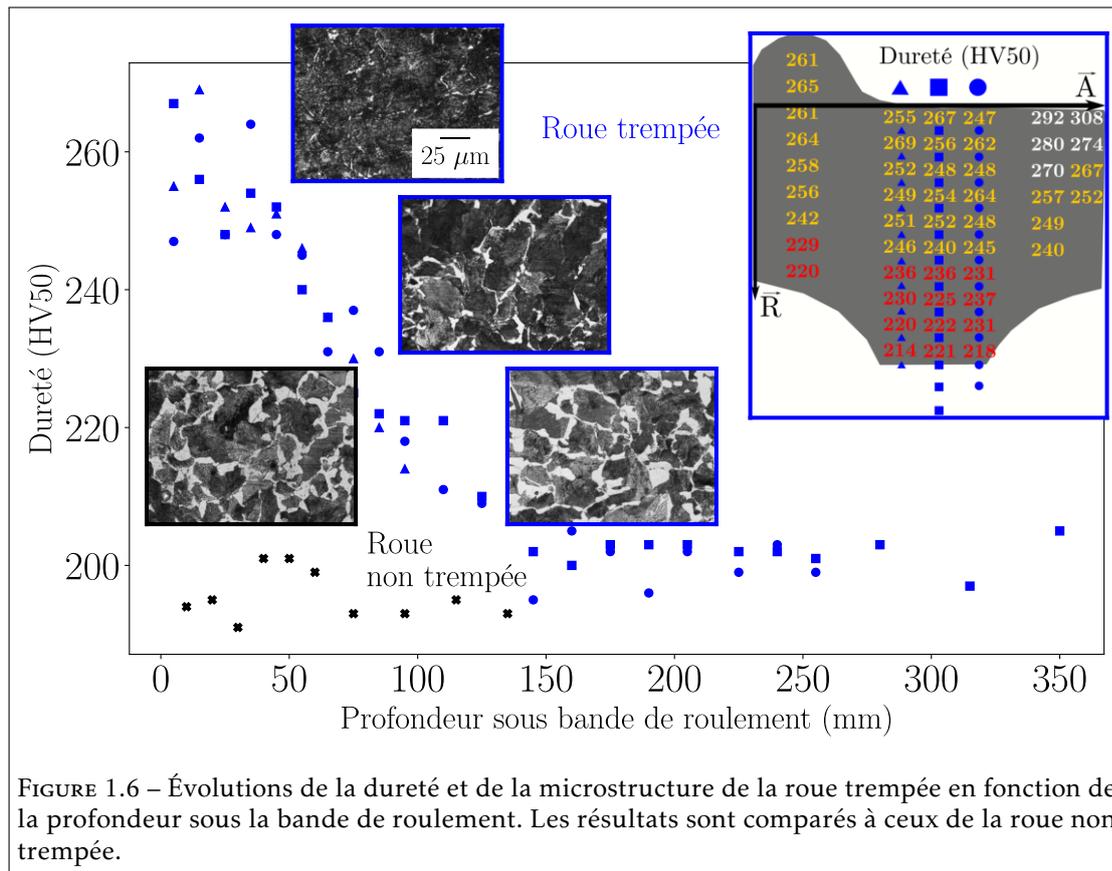
Mesures de dureté et microstructure

La figure 1.6 présente les résultats de dureté de l'ensemble de la jante de la roue trempée (figure insérée, une valeur par mesure). Elle présente aussi plus particulièrement ceux de trois filiations de dureté, réalisées à mi-épaisseur², constituées de 10, 20 et 23 mesures et descendant jusqu'à 100, 250 et 350 mm de profondeur respectivement. Ces filiations sont accompagnées des microstructures correspondantes. Les mesures ont été réalisées avec un indenteur Vickers et une

2. Mi-position entre les surfaces externe et interne.

charge appliquée de 50 kgf. La taille des empreintes résultantes est de l'ordre de 200 μm , soit un ordre de grandeur supérieur à la taille caractéristique de la microstructure. La dureté n'est pas homogène dans la jante de la roue trempée : d'une part, une région plus dure est localisée en surface près de la face externe (environ 300 HV50). D'autre part, la dureté décroît avec la profondeur sous la bande de roulement. Les filiations confirment un gradient de dureté dans la roue trempée : en particulier la dureté, égale à 250-260 HV50 sous la bande de roulement à mi-épaisseur, diminue linéairement jusqu'à 200 HV50 à 150 mm de profondeur. En dessous de cette profondeur, la dureté ne varie plus. À l'inverse, une filiation similaire réalisée sur la roue non trempée à mi-épaisseur ne révèle pas de gradient de dureté. Les valeurs mesurées sont légèrement inférieures à 200 HV50.

Les micrographies optiques (présentées sur la figure 1.6) et électroniques (non montrées) correspondantes permettent de corréler le gradient de dureté de la roue trempée à un gradient de microstructure, qui s'étend depuis la surface sous la bande de roulement jusqu'à plus de 100 mm de profondeur. En particulier, la fraction surfacique de ferrite pro-eutectoïde, la taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde et la distance interlamellaire perlitique augmentent avec la profondeur sous la bande de roulement, provoquant une diminution évidente de la dureté. Ces résultats de caractérisation sont détaillés dans le tableau 1.4. Similairement aux résultats de dureté, la microstructure est homogène dans la roue non trempée. Des conclusions analogues sont présentées dans la littérature sur des roues forgées de nuance et de traitement thermique proches [WE04; Ben06; Lan13].



Profondeur sous la bande de roulement	Fraction volumique de perlite (%)	Taille des anciens grains austénitiques (μm)	Taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde (μm)	Distance interlamellaire perlitique (nm)
5mm ^a	97 ± 0	25 ± 6	10 ± 2	112 ± 15
60mm ^b	93 ± 1	36 ± 6	25 ± 6	
150mm ^a	80 ± 1	40 ± 9	32 ± 5	210 ± 29

TABLEAU 1.4 – Caractérisation microstructurale des roues trempées en ER7.

a. Fraction perlitique : 5 mesures; Taille des anciens grains austénitiques : 5 mesures; Taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde : 30 mesures; Distance interlamellaire : 10 mesures.

b. Fraction perlitique : 5 mesures; Taille des anciens grains austénitiques : 5 mesures; Taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde : 30 mesures.

Le gradient de microstructure caractérisé dans la roue trempée est directement imputable à l'opération de trempe. En effet des mesures complémentaires de la température ont été réalisées pendant le traitement thermique d'une roue forgée à l'aide de thermocouples attachés à différentes profondeurs sous la bande de roulement³. Ces mesures confirment que la vitesse de refroidissement pendant l'opération de trempe superficielle diminue avec la profondeur sous la bande de roulement. La microstructure formée comporte alors moins de perlite à cœur ainsi que des grains de ferrite pro-eutectoïde et une distance interlamellaire perlitique moyenne plus grossiers. La dureté résultante est logiquement plus faible que celle en surface. En dessous de 100 à 150 mm de profondeur, la matière n'est plus affectée par l'opération de trempe et la microstructure formée est similaire à celle d'une roue non trempée.

Essais mécaniques

Dans un second temps, des essais mécaniques ont été effectués afin de mettre en relation les analyses microstructurales précédentes au comportement mécanique macroscopique correspondant. Des éprouvettes cylindriques ont été prélevées dans le reste de la roue trempée, à différentes profondeurs sous la bande de roulement (50 mm, i.e. dans la jante, et 150 mm, i.e. dans la toile) et avec différentes orientations de prélèvement (directions radiale \vec{R} et circonférentielle \vec{C}). Les dimensions de ces éprouvettes sont précisées dans l'annexe B. Le plan d'extraction est présenté sur la figure 1.5c. Parmi les quatre combinaisons de prélèvement, les éprouvettes de type jante \vec{R} ont la particularité de présenter un gradient de microstructure dans le sens longitudinal. Les autres éprouvettes peuvent être considérées comme ayant une microstructure homogène, plus ou moins fine en fonction de la profondeur de prélèvement.

Des essais de traction monotone jusqu'à rupture et de traction-compression cyclique ont été réalisés. La machine utilisée est une machine de traction-compression servo-hydraulique Instron 8501 munie d'une cellule de charge de 100 kN. La déformation est mesurée à l'aide d'un extensomètre « clip-on » Instron 2620-602 de longueur de jauge 12,5 mm et de course $\pm 2,5$ mm. Les essais de traction monotone sont pilotés en déformation à vitesse de déformation moyenne $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Les essais cycliques sont asservis en déformation et la vitesse de déformation moyenne est égale à $\dot{\epsilon} = 5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Ces derniers sont constitués de paliers successifs d'amplitude de déformation $\frac{\Delta\epsilon}{2}$ croissante. Chaque palier regroupe 50 cycles (pendant lesquels l'amplitude de déformation est constante) et est incrémenté de 0,2 % de déformation maximale supplémentaire

3. Elles ne sont pas montrées dans ce manuscrit par soucis de confidentialité.

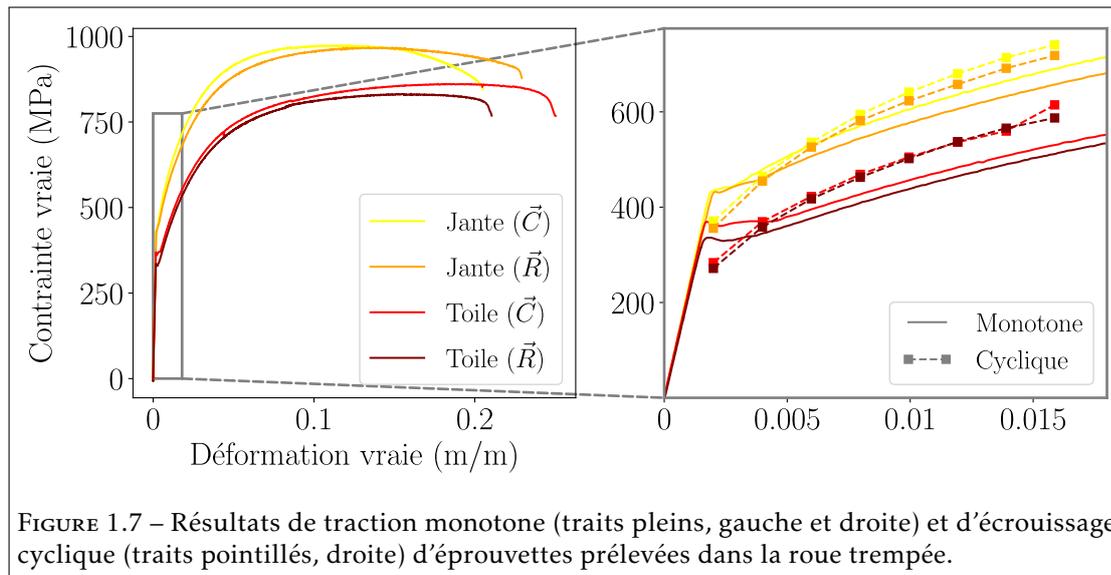


FIGURE 1.7 – Résultats de traction monotone (traits pleins, gauche et droite) et d'écroutissage cyclique (traits pointillés, droite) d'éprouvettes prélevées dans la roue trempée.

par rapport au palier précédent. L'essai est arrêté après les 50 cycles de la déformation maximale 1,6 %. L'objectif de ces essais de comportement cyclique est d'étudier un éventuel durcissement (écrouissage) ou adoucissement par rapport au comportement monotone. Pour ce faire, la contrainte stabilisée (à la fin d'un palier) est mesurée pour chaque palier. Ceci permet de construire une courbe « contrainte-déformation cyclique », appelée courbe d'écrouissage cyclique dans notre cas, qui est comparée à la courbe d'écrouissage monotone correspondante. Les essais présentés dans ce paragraphe ont été réalisés, sous ma responsabilité, par N. Narasimha Prasad à l'occasion de son stage diplômant de Master [NP21].

Deux essais monotones et deux essais cycliques ont été réalisés pour chaque type de prélèvement ; une bonne reproductibilité a été observée. Les résultats sont présentés sur la figure 1.7. Le comportement monotone est celui caractéristique d'un acier ferrito-perlitique, à savoir une transition élastique-plastique marquée par un plateau peu avant 0,2 % de déformation, puis un fort écrouissage et un allongement à rupture autour de 20 % de déformation. Une différence de comportement est remarquée entre les éprouvettes prélevées dans la jante et celles dans la toile. En particulier la limite élastique et la contrainte à rupture diminuent lorsque la profondeur de prélèvement augmente. En détails les valeurs respectives obtenues sont d'environ 430 et 970 MPa pour les éprouvettes issues de la jante contre 350 et 850 MPa pour celles issues de la toile. De plus, ces dernières présentent un plateau de contrainte plus marqué après la transition élastique plastique. À l'inverse la différence d'orientation de prélèvement semble avoir une influence marginale sur le comportement, même si les valeurs de résistance des éprouvettes circonférentielles semblent légèrement plus élevées que celles radiales. À noter qu'aucune tendance ne peut être dégagée concernant l'élongation à rupture ($\approx 20-25\%$).

Les courbes d'écrouissage cyclique se positionnent rapidement au-dessus des courbes monotones. Cela traduit un durcissement du comportement cyclique vis-à-vis d'un chargement monotone. À nouveau, les résultats sont regroupés par profondeur de prélèvement suivant la même logique que décrite ci-dessus. En outre, l'influence de l'orientation de prélèvement est encore plus discrète.

Discussions

Les différences de comportement observées entre les éprouvettes prélevées dans la jante et dans la toile des roues forgées sont également soulignées dans la littérature [Rou16; Zen+16; FGM18]. Elles s'expliquent naturellement par les différences de microstructure entre la jante trempée et la toile : avec notamment davantage de ferrite pro-eutectoïde ductile et une distance interlamellaire perlitique plus grossière, la résistance mécanique diminue avec la profondeur sous la bande de roulement. C'est également l'origine du rallongement du plateau de contrainte après la transition élastique-plastique pour les éprouvettes issues de la toile. En effet, ce dernier, caractéristique de la plastification des matériaux ferritiques, est généralement associé à la localisation et à la propagation de la déformation sous la forme de bandes de Piobert-Lüders [SH51]. Bien qu'il soit acquis que ces phénomènes sont liés aux interactions entre les dislocations et les atomes en position interstitielle [Hal70], tels que le carbone et l'azote, les mécanismes associés sont encore sujets de discussions [AH91; SR13]. Néanmoins, de très nombreuses preuves expérimentales permettent d'affirmer que le plateau de contrainte diminue lorsque la taille de grains augmente, et surtout lorsque la fraction de perlite eutectoïde augmente [Hal70; JEC15]. Ainsi, il n'est pas surprenant de remarquer un plateau rallongé pour les éprouvettes prélevées dans la toile qui contiennent moins de perlite et des plus petits grains de ferrite pro-eutectoïde.

En parallèle, une des interrogations de cette campagne expérimentale portait sur une éventuelle différence de propriétés entre les éprouvettes issues de la jante, prélevées radialement (avec gradient de microstructure) et circonférenciellement (microstructure homogène). Les résultats montrent des comportements monotone et cyclique sensiblement identiques. Cela peut être expliqué par la faible longueur de la section réduite des éprouvettes (15 mm), ce qui ne permet pas de solliciter un gradient important pour les éprouvettes prélevées radialement dans la jante.

1.1.3 Comparaison entre le gradient de microstructure caractérisé dans les axes EA1N refoulés à chaud et celui caractérisé dans les roues ER7 forgées trempées revenues

Les microstructures caractérisées dans les roues ER7 forgées trempées revenues contiennent plus de perlite et sont plus fines que celles caractérisées dans les axes obtenus par refoulement à chaud car i) la teneur en carbone est plus élevée dans le matériau à roues ce qui favorise la formation du constituant perlitique et ii) les vitesses de transformation sont plus rapides dans les roues à cause de l'opération de trempe. Pour ces raisons, la dureté et la résistance (limite élastique et contrainte à rupture) des roues est supérieure; c'est évidemment recherché.

De manière plus intéressante, le gradient de microstructure caractérisé dans l'axe obtenu par refoulement à chaud est également différent de celui de la roue forgée trempée. Tout d'abord, la taille des anciens grains d'austénite croît avec la profondeur dans les axes. Cette variation n'est pas présente dans la roue forgée. Elle s'accompagne d'une présence notable de ferrite de Widmanstätten au cœur des axes qui n'est pas observée dans les roues. Surtout, la proportion de ferrite pro-eutectoïde diminue avec la profondeur dans les axes alors que l'inverse est observé dans les roues. C'est une conséquence d'une part de ladite augmentation de la taille des grains parents dans les axes, ce qui produit relativement moins de joints de grains d'austénite où la ferrite pro-eutectoïde va pouvoir germer, et d'autre part du gradient important de vitesse de refroidissement dans les roues qui va favoriser la formation de ferrite pro-eutectoïde en profondeur.

En conséquence, l'évolution des propriétés mécaniques en fonction de la profondeur est également différente dans les deux organes. Dans la roue trempée, tous les paramètres microstructuraux vont dans le sens d'une diminution des indicateurs de résistance mécanique (limite

d'élasticité, contrainte à la rupture et dureté). Dans l'axe refoulé à chaud, l'augmentation de la taille de la microstructure est compensée par l'augmentation de la fraction de perlite, ce qui résulte en une dureté globalement homogène et des essais mécaniques macroscopiques difficiles à interpréter. Dans le chapitre 5, section 5.2, des essais mécaniques instrumentés à l'échelle de la microstructure sont présentés.

Bilan de la section

De par la massivité des organes ferroviaires, les procédés d'élaboration et de traitements thermiques peuvent transformer la matière de manière hétérogène et induire des gradients de microstructure. C'est notamment le cas des axes de nuance EA1N mis en forme par refoulement à chaud et des roues forgées trempées et revenues de nuance ER7. Dans le premier cas, une microstructure ferrito-perlitique est obtenue dont la taille des anciens grains austénitiques et la fraction surfacique de perlite augmentent avec la profondeur sous la surface de portée de calage. Dans le second, la microstructure présente également un gradient ferrito-perlitique mais ce sont la fraction de ferrite pro-eutectoïde, la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde et la distance interlamellaire perlitique qui augmentent avec la profondeur sous la bande de roulement. Dans le cas de la roue trempée, l'évolution de la microstructure depuis la surface vers la toile va unanimement dans le sens d'une diminution des indicateurs de résistance mécanique. Dans le cas de l'axe obtenu par refoulement à chaud, l'augmentation de la taille de la microstructure est compensée par l'augmentation de la fraction de perlite. La dureté résultante est homogène et les conséquences sur le comportement mécanique sont plus difficiles à appréhender.

1.2 Élaboration de microstructures contrôlées

La finesse des microstructures industrielles présentées précédemment, en particulier dans la jante de la roue forgée trempée, complique la mesure de champs mécaniques à l'échelle de la microstructure, qui sera présentée en détails dans le prochain chapitre. De plus, la longueur caractéristique des gradients de microstructure caractérisés dans les axes refoulés à chaud (90 mm) et les roues trempées (plus de 100 mm) est beaucoup trop grande par rapport à la taille caractéristique de la microstructure (quelques dizaines de micromètres) pour pouvoir réaliser des mesures fines du comportement de ces gradients. Enfin, pour mieux comprendre les mécanismes de déformation des aciers ferroviaires, il est pertinent de pouvoir isoler l'influence d'un paramètre microstructural donné. Ainsi, en complément des éprouvettes prélevées dans les organes ferroviaires, des éprouvettes à microstructure ferrito-perlitique contrôlée ont été élaborées en laboratoire. L'objectif des essais d'élaboration présentés dans cette section est triple :

- *Élaborer des éprouvettes à microstructure ferrito-perlitique de taille caractéristique supérieure à la résolution spatiale de mesure des essais instrumentés présentés dans le chapitre 2.*
- *Élaborer des éprouvettes présentant un gradient de microstructure marqué permettant l'analyse du comportement mécanique de ce dernier au regard des constituants de la microstructure.*
- *Identifier les leviers pertinents (austénitisation, transformation) permettant de jouer unilatéralement sur un paramètre microstructural donné et élaborer les microstructures correspondantes.*

Les essais sont réalisés à l'aide du simulateur thermomécanique Gleeble 3500-GTC de Dynamic Systems, Inc. au sein du laboratoire LAMIH. Cette machine permet en particulier d'effectuer des cycles thermiques mettant en jeu des maintiens à très haute température et des vitesses de chauffage et de refroidissement très élevées. Le chauffage de l'éprouvette est réalisé par

effet Joule. Le refroidissement peut s'opérer par les mors (refroidissement des mors via un circuit hydraulique et *in fine* de l'éprouvette par conduction thermique) ou par projection d'air et/ou d'eau directement sur la surface de l'éprouvette. La température est mesurée à l'aide d'un thermocouple qui permet l'asservissement de la consigne. Jusqu'à quatre thermocouples peuvent être utilisés simultanément pour un même essai. Le vide peut être réalisé dans la chambre d'essai, auquel cas la durée totale de l'essai ne doit pas être trop longue afin de ne pas sur-solliciter le système de pompage (environ trois heures maximum). Dans ces travaux, la composante mécanique de la machine n'a pas été utilisée. La figure 1.8 montre la machine Gleeble et une photographie de la chambre d'essai. En pratique, les éprouvettes prennent la forme de barreaux cylindriques dans lesquels des éprouvettes de traction sont usinées par électro-érosion à fil. Les dimensions des éprouvettes sont précisées dans l'annexe B. Les essais thermiques présentés dans cette section ont été réalisés par J. La Barbera, ingénieur d'études au LAMIH.



FIGURE 1.8 – Photographies du simulateur Gleeble 3500-GTC (gleeble.com) et de l'intérieur de l'enceinte pendant un cycle thermique.

La stratégie expérimentale se décompose en deux temps. Tout d'abord, des microstructures homogènes entièrement perlitiques sont visées. L'objectif de cette première étape est d'étudier plus spécifiquement le constituant perlitique. Dans un second temps, les acquis de la première étape sont transposés à une nuance d'acier hypo-eutectoïde afin d'élaborer des microstructures homogènes ferrito-perlitiques.

1.2.1 Élaboration de barreaux de composition eutectoïde

Pour cette sous-section qui se concentre sur l'élaboration du constituant perlitique, des barreaux ont été prélevés dans une tôle de type XC72 fournie par MG-Valdunes. La composition chimique est présentée dans le tableau 1.5. Cette dernière sera qualifiée d'eutectoïde, par simplification, bien qu'il s'agisse en réalité d'un abus de langage. La microstructure initiale a été vérifiée comme étant entièrement perlitique.

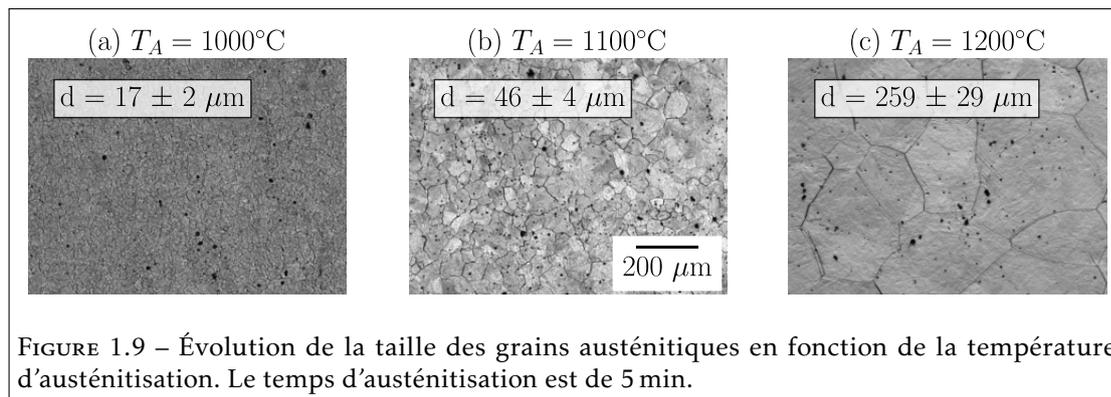
Éléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Ni	V	Al
% m.	0.73	0.82	0.79	0.01	0.011	0.17	0.22	0.05	0.13	0.002	0.013

TABLEAU 1.5 – Composition chimique du lot matière XC72 étudié, mesurée par Spectroscopie à Émission Optique et transmise par MG-Valdunes.

Taille des grains austénitiques en fonction du traitement d'austénitisation

Il n'est évidemment pas possible de mesurer la taille des grains austénitiques à l'aide des chemins de ferrite pro-eutectoïde dans une microstructure entièrement perlitique. Heureusement d'autres méthodes existent, telles que la méthode de mise en évidence des joints austénitiques par attaque thermique [Gar+01]. Cette dernière consiste à polir en rendu miroir la surface d'un échantillon qui sera ensuite austénitisé sous vide. Pendant le traitement, des sillons sont creusés au niveau des joints de grains. Le rendu miroir permet d'observer ces sillons, et donc les anciens joints, après refroidissement à température ambiante. Enfin, la taille des anciens grains austénitiques est mesurée par la méthode des interceptions à partir d'environ quinze micrographies.

La méthode d'attaque thermique a été utilisée dans cette sous-section afin de déterminer la taille des anciens grains austénitiques pour différentes températures d'austénitisation. Un barreau a été découpé en plusieurs plots de longueur 15 mm. Les plots sont tronçonnés longitudinalement; la surface plane résultante est polie à l'aide de particules diamantées de granulométrie décroissante allant jusqu'à $1\ \mu\text{m}$. Les températures d'austénitisation cibles sont notamment 1000°C , 1100°C et 1200°C . La vitesse de chauffage est de $+3^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ jusqu'à température d'austénitisation, suivie d'un maintien isotherme pendant 5 min et enfin d'un refroidissement à $-1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ jusqu'à température ambiante. Le temps de maintien a été choisi afin de minimiser la durée des essais. La pression mesurée est inférieure à $1 \times 10^{-3}\ \text{Pa}$. Les résultats sont présentés sur la figure 1.9. La taille des anciens grains augmente bien évidemment avec la température d'austénitisation. Ces valeurs compléteront les résultats de caractérisation des barreaux élaborés dans cette sous-section.



Cycles thermiques

En résumé des objectifs d'élaboration présentés précédemment, la microstructure cible est : i) perlitique, ii) homogène et iii) grossière afin d'être facilement caractérisable et de pouvoir mesurer des champs mécaniques à l'échelle de cette dernière. Le premier point est évident au regard de la composition des barreaux, même si une petite fraction de ferrite pro-eutectoïde peut se former si la température de début de transformation $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ est trop élevée. Afin de satisfaire le second point, une transformation isotherme est privilégiée. De plus, la température est maintenue brièvement à une valeur palier entre la température d'austénitisation et la température eutectoïde. Enfin, le refroidissement est assuré par les mors : les vitesses atteintes sont plus lentes que par projection d'air ou d'eau. Ces trois caractéristiques permettent de garantir

une meilleure homogénéité de la température. Afin de s'en assurer, trois thermocouples sont utilisés pour chaque essai : un thermocouple est positionné au milieu du barreau et les deux autres sont situés de part et d'autre, à 10 mm environ du thermocouple central en direction des mors. La consigne est asservie à l'aide du thermocouple central. En parallèle, la réalisation des essais sous vide (pression inférieure à 1×10^{-3} Pa) permet d'éviter la décarburation en surface. En ce qui concerne le troisième point, la taille de la microstructure est modulée en fonction des paramètres du couple {austénitisation, transformation isotherme}.

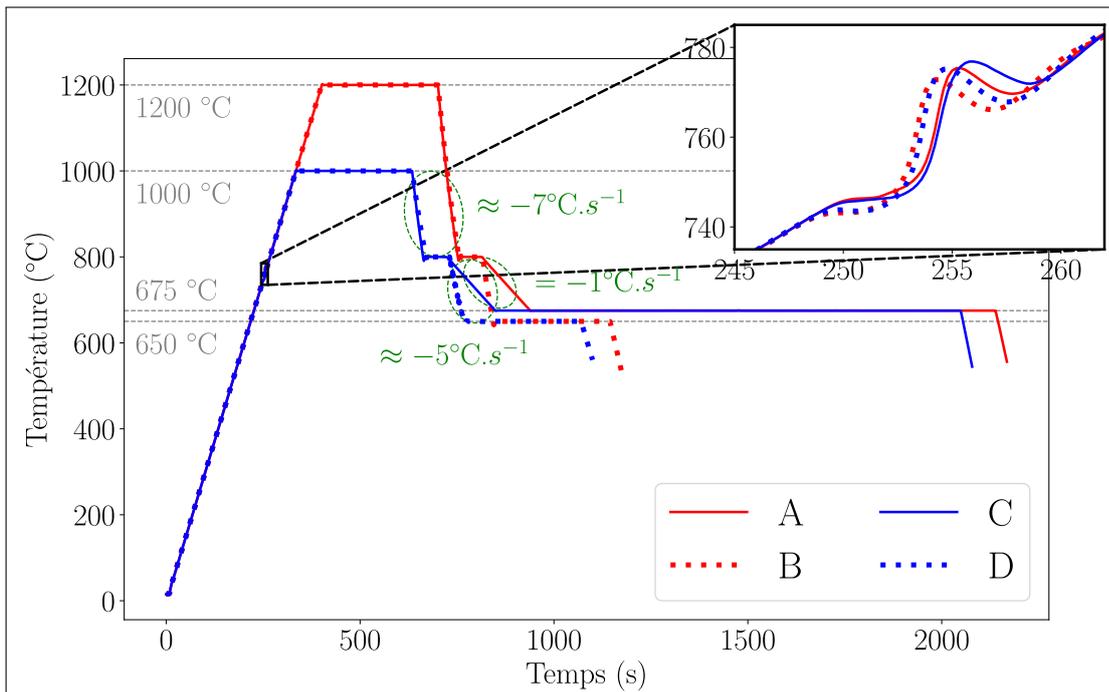
En conséquence, quatre cycles thermiques sont proposés. Ils sont détaillés dans le tableau 1.6. Les conditions d'austénitisation sont choisies pour correspondre aux traitements d'attaque thermique et grossir raisonnablement la microstructure. De même, la vitesse de chauffage est assurée égale à $+3^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ pour tous les essais. À l'inverse, la vitesse de refroidissement depuis la température d'austénitisation jusqu'au palier n'est pas contrôlée et dépend de la température ainsi que du débit d'eau dans le circuit de refroidissement des mors. Dans ce travail, ce dernier est égal à environ $140 \text{ cm}^3 \text{ s}^{-1}$, ce qui résulte en une vitesse de refroidissement de l'ordre de $-7^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ entre la température d'austénitisation et la température palier. La température du palier a été choisie afin de correspondre à la température d'austénitisation employée dans le diagramme Transformations Temps-Température (TTT) utilisé en tant que référence pour ces essais. Ce diagramme est celui de la nuance britannique EN 42 de composition proche [ASM91]. Il est visualisable sur la figure 1.10b. Enfin, deux conditions de transformation différentes ont été choisies à l'aide des données de la littérature : la transformation à « haute » température (675°C) est précédée d'un refroidissement lent égal à $-1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ depuis la température palier tandis que celui qui précède la transformation à « basse » température (650°C) n'est pas contrôlé, ce qui résulte en un refroidissement plus rapide ($\approx -5^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$). Les temps de transformation ont été ajustés de sorte que toute l'austénite soit transformée à l'issue du maintien isotherme, selon le diagramme TTT. L'objectif est ainsi d'élaborer deux microstructures perlitiques avec des distances interlamellaires moyennes différentes. De manière générale, les quatre combinaisons des paramètres d'austénitisation et de transformation visent à isoler les relations entre paramètres procédés et microstructures.

	Austénitisation	Palier	Refroidissement	Transformation
A	1200°C 5 min		$-1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$	675°C 20 min
B		800°C 1 min	Non contrôlé	650°C 5 min
C	1000°C 5 min		$-1^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$	675°C 20 min
D			Non contrôlé	650°C 5 min

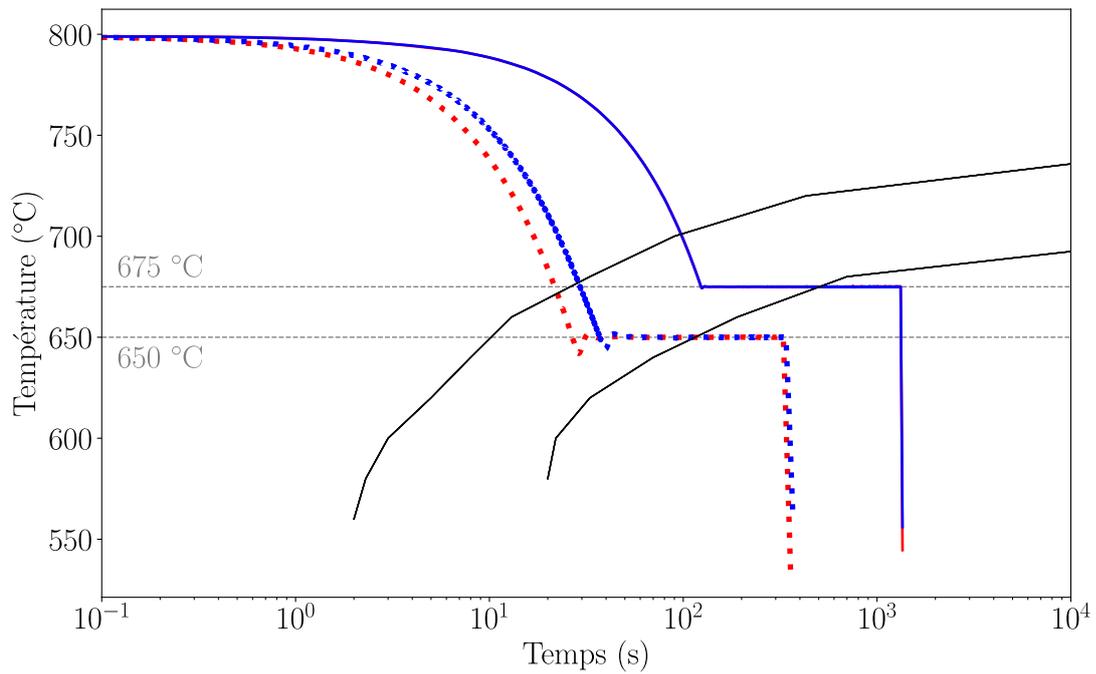
TABLEAU 1.6 – Traitements thermiques réalisés sur les barreaux de composition eutectoïde.

Les températures présentées sur la figure 1.10 correspondent au thermocouple central. Les valeurs des deux autres thermocouples placés à ± 10 mm, non montrées dans cette figure, sont légèrement inférieures pendant les quatre cycles (écart d'environ 3-5 %) car ils sont situés plus près des mors qui assurent le refroidissement. En conséquence, la température dans la région centrale du barreau peut être considérée comme homogène en première approche.

Les résultats des cycles thermiques des essais A, B, C et D sont visualisables sur la figure 1.10a. Aux alentours de 750°C , une perturbation de l'augmentation linéaire de la température est observée sur les quatre courbes, tel que mis en évidence sur la figure agrandie. Cette perturbation



(a) Cycles thermiques A, B, C et D. La figure agrandie met en évidence le début de la transformation $\alpha + Fe_3C \rightarrow \gamma$.



(b) Évolution de la température après le palier 800°C 1 min, superposée au diagramme TTT de la nuance EN 42 [ASM91].

FIGURE 1.10

correspond vraisemblablement au début de la transformation $\alpha + Fe_3C \rightarrow \gamma$. En effet il est acquis que cette transformation est endothermique, i.e. consomme de la chaleur. Ainsi, à $T \approx 745^\circ\text{C}$, la pente $\frac{dT}{dt}$ diminue ce qui demande une puissance supplémentaire à injecter de la part du système. La consigne est alors brièvement dépassée, puis la courbe finit par se stabiliser à $T \approx 775^\circ\text{C}$.

Le comportement inverse n'est pas observé pendant le refroidissement depuis la température palier vers la température de transformation. Cela suggère que la transformation $\gamma \rightarrow \alpha + Fe_3C$ se produit pendant le maintien isotherme. La transformation est étudiée en détails à l'aide du diagramme $\tau\tau\tau$ (en échelle logarithmique) tracé sur la figure 1.10b. Selon les courbes de transformation (en noir), le début de la réaction précède de peu le maintien isotherme. Cependant, en réalité, pendant le refroidissement continu depuis 800°C jusqu'aux températures de transformation, les courbes de Transformations en Refroidissement Continu (trc) sont décalées vers le bas et vers la droite. Il est donc possible que la transformation perlitique ait effectivement démarré, et se soit terminée, pendant le maintien isotherme.

Caractérisation des microstructures élaborées

Dans un premier temps, les barreaux ont été tronçonnés longitudinalement afin de contrôler l'homogénéité de la microstructure. Les micrographies optiques montrent une microstructure perlitique homogène dans la région centrale des barreaux, entre les thermocouples, en accord avec l'homogénéité de la température dans cette région pendant les cycles thermiques. En revanche, ces micrographies, non présentées dans ce rapport, ne permettent pas de distinguer les unités microstructurales de la perlite (taille des nodules, espacement interlamellaire). En conséquence, la microstructure a été caractérisée par MEB au niveau du thermocouple central.

Concernant la mesure de l'espacement interlamellaire moyen, la méthodologie présentée au début de ce chapitre a été appliquée sur une dizaine d'images électroniques de grossissement entre X3000 et X6000, acquises avec le MEB Hitachi S-3600N, pour chaque barreau. La figure 1.11 recense quelques unes de ces images.

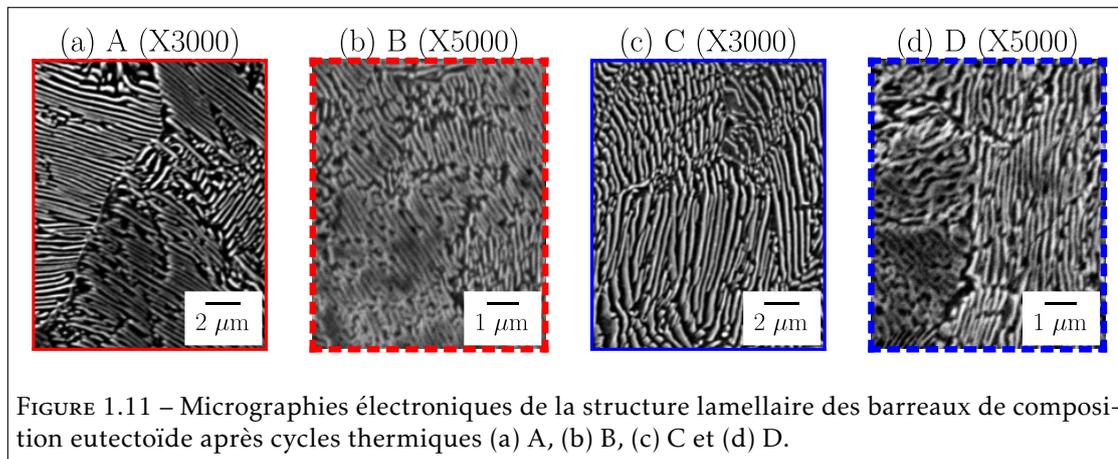


FIGURE 1.11 – Micrographies électroniques de la structure lamellaire des barreaux de composition eutectoïde après cycles thermiques (a) A, (b) B, (c) C et (d) D.

Concernant la détermination de la taille moyenne de nodules, les mesures ont été réalisées au sein du laboratoire LAMIH avec un MEB JEOL 7100F doté d'un canon à émission de champ et du logiciel de mesure Oxford Inst. AztecHKL. C'est également le cas de tous les résultats EBSD obtenus dans ce travail. Ces mesures ont été réalisées avec une tension d'accélération de 15 kV, une distance de travail de 20 mm et une inclinaison de l'échantillon de 70° . Le grossissement est

d'environ X200 et le pas de mesure est égal à 0,25 μm pour les quatre barreaux. Les cartographies Figure de Pôle Inverse, ou « Inverse Pole Figure » en anglais (IPF) [001]⁴ ainsi que les réseaux de désorientation correspondants sont présentés sur la figure 1.12a. Pour calculer la taille moyenne des nodules, la cartographie est segmentée en « grains » à l'aide du module MTEX du langage de programmation MATLAB [BHS11]⁵ ; la valeur seuil de désorientation θ_s entre deux « grains » est choisie égale à 12°, comme ce qui peut être trouvé dans la littérature [GL12; Wal+06]. Les « grains » qui contiennent moins de 30 pixels ne sont pas considérés. Une différence importante est donc que les valeurs moyennes (et écarts-types) résultants sont les résultats statistiques de populations de plusieurs centaines de nodules.

	Taille des nodules ^a (μm)	Espacement interlamellaire ^b (nm)
A (1200°C – 675°C)	28 \pm 40	199 \pm 21
B (1200°C – 650°C)	23 \pm 28	106 \pm 8
C (1000°C – 675°C)	20 \pm 28	204 \pm 16
D (1000°C – 650°C)	19 \pm 22	116 \pm 12

TABLEAU 1.7 – Paramètres microstructuraux caractérisés dans les barreaux de composition eutectoïde élaborés. Les températures d'austénitisation et de transformation isotherme sont rappelées.

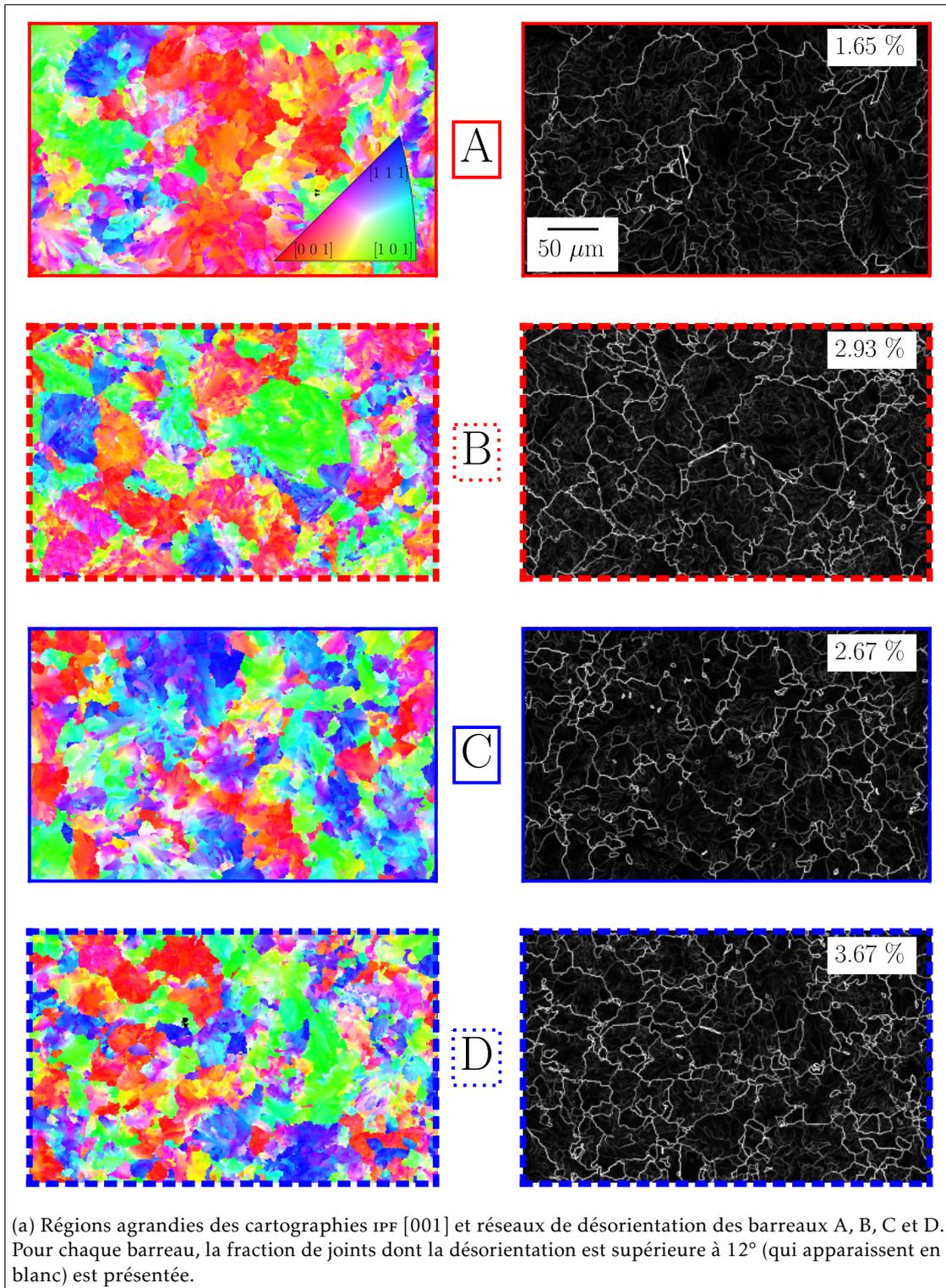
a. A : 311 « grains », B : 604 « grains », C : 667 « grains », D : 998 « grains ».

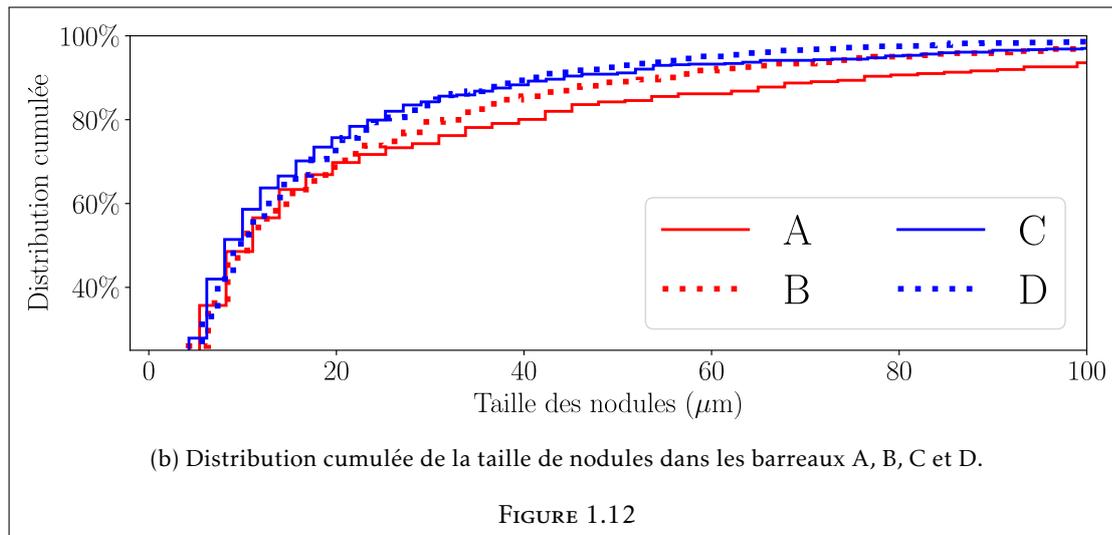
b. 10 mesures.

Les résultats de caractérisation sont présentés dans le tableau 1.7. Indiscutablement, l'espace-ment interlamellaire moyen augmente avec la température de transformation, ce qui est bien compris (voir annexe A). Au contraire, il ne semble pas dépendre de la température d'austénitisation. Concernant la taille moyenne de nodules, les écarts-types importants témoignent d'une grande dispersion qui ne permet pas d'interpréter les valeurs moyennes calculées. Cependant, l'impression visuelle de la figure 1.12a suggère que les nodules sont les plus gros dans le barreau A et les plus petits dans le barreau D. Cela est confirmé par les fractions de joints de désorientation supérieures à 12°, précisés sur la même figure, qui diminuent avec les températures d'austénitisation et/ou de transformation. En conséquence, il semblerait que la taille des nodules augmente lorsque les températures d'austénitisation et de transformation augmentent, en accord avec les tableaux A.1 et A.2 dans l'annexe A. Afin d'affiner l'analyse, la distribution cumulée de la taille de nodules dans les quatre barreaux est présentée sur la figure 1.12b. Il apparaît que diminuer la température d'austénitisation de 1200°C à 1000°C aplatit davantage la courbe que de diminuer la température de transformation de 675°C à 650°C. En conséquence, dans les quatre essais thermiques étudiés, l'influence la plus importante sur la taille de nodules semble être celle de la température d'austénitisation.

4. Pour une direction [xyz] donnée dans le système de coordonnées global de l'échantillon, la cartographie IPF [xyz] représente, en chaque pixel, la direction [uvw], du système de coordonnées local du cristal, qui est parallèle à [xyz]. Pour ce faire, une couleur est associée bijectivement à chaque [u'v'w'], où [u'v'w'] est la direction correspondant à [uvw] dans la zone fondamentale du matériau. La zone fondamentale est l'ensemble des orientations physiquement distinctes. Dans le cas d'un système cristallin cubique, elle équivaut au triangle couramment délimité par les directions [001], [101] et [111].

5. Voir le chapitre 2, sous-section 2.2.3, §Segmentation de la microstructure à l'échelle des grains, pour une description détaillée.





1.2.2 Élaboration de barreaux de composition hypo-eutectoïde

Dans un second temps, l'objectif est de transposer les acquis de la première étape à des barreaux de composition hypo-eutectoïde et d'élaborer des microstructures ferrito-perlitiques homogènes. La nuance étudiée est la nuance ER7, dont la composition a été précisée dans le tableau 1.3. Les barreaux proviennent du même lot matière que celui utilisé pour la caractérisation de la microstructure et du comportement mécanique des roues forgées.

Cycles thermiques

Similairement à la sous-section précédente, la microstructure cible est i) ferrito-perlitique, ii) homogène et iii) grossière. En conséquence, plusieurs caractéristiques des cycles thermiques appliqués précédemment aux barreaux de composition eutectoïde sont reprises :

- Les cycles sont composés successivement d'un traitement d'austénitisation (vitesse de chauffage égale à $+3^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$), d'un maintien isotherme à une température palier, et enfin d'une (ou de plusieurs) transformation(s) isotherme(s).
- Le refroidissement est assuré par les mors, où un débit d'eau égal à environ $140\text{ cm}^3\text{ s}^{-1}$ circule dans le circuit de refroidissement. Bien sûr, il est également possible de contrôler la vitesse de refroidissement à une valeur donnée.
- Les essais sont réalisés sous vide (pression inférieure à $1 \times 10^{-3}\text{ Pa}$).

De plus, dans cette sous-section, les essais d'élaboration sont instrumentés par dilatométrie. La mesure de la variation du diamètre pendant le cycle thermique permet de suivre finement les débuts et fins des transformations $\alpha + \text{Fe}_3\text{C} \rightarrow \gamma$ au chauffage et $\gamma \rightarrow \alpha + \text{Fe}_3\text{C}$ au refroidissement. Le dilatomètre est positionné au milieu du barreau, similairement au thermocouple qui permet d'acquérir la température et d'asservir l'essai. Cette solution n'était pas disponible au moment d'élaborer les microstructures entièrement perlitiques et n'a donc pas pu être utilisée dans la sous-section précédente.

Huit cycles thermiques différents sont présentés dans le tableau 1.8. Chronologiquement, les essais A', B', C' et D' ont été réalisés en premier en écho à ceux de la sous-section précédente. Ces quatre essais ont rapidement mis en évidence le besoin d'augmenter la température de

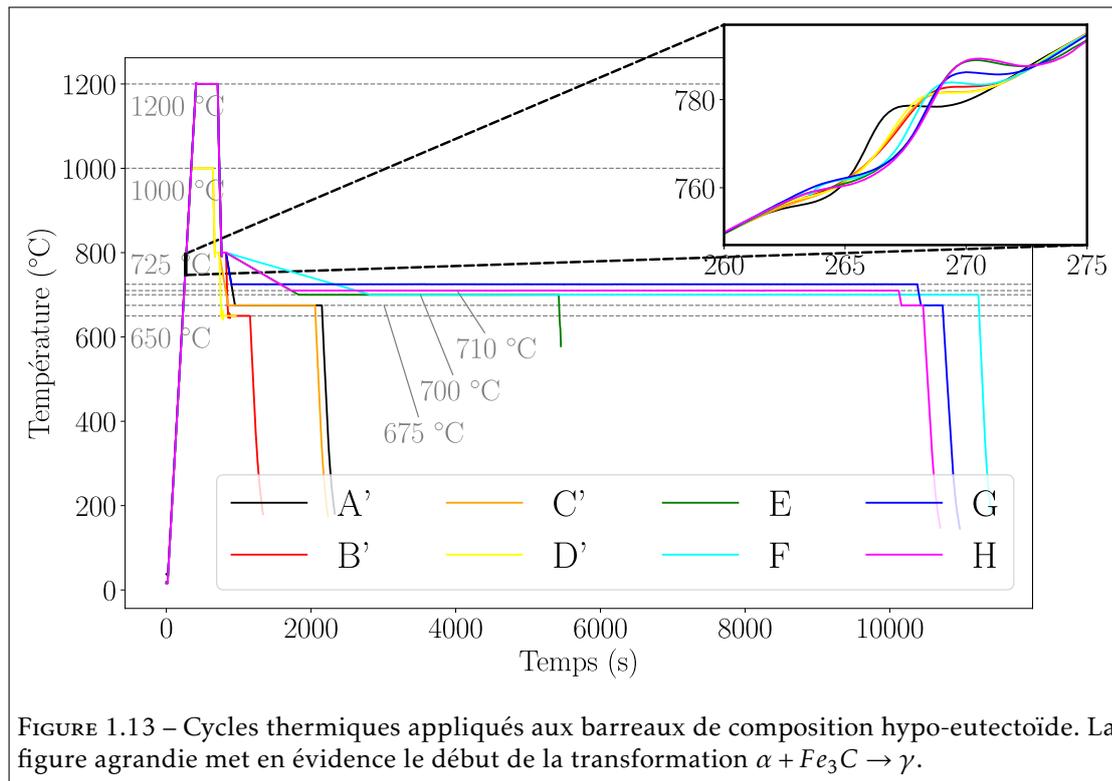
transformation isotherme dans le but de maximiser la fraction de ferrite pro-eutectoïde transformée. La diminution de la vitesse de refroidissement et l'augmentation du temps et de la température de transformation isotherme dans les essais E et F vont dans ce sens. Enfin, dans les essais G et H, deux transformations isothermes successives ont été réalisées afin de tenter de dissocier la transformation de la ferrite pro-eutectoïde de celle de la perlite. De plus, si certaines valeurs peuvent surprendre, elles sont expliquées par la majoration de la durée des cycles à trois heures afin de ne pas sur-solliciter le système de pompage qui assure le vide. Ainsi, la vitesse de refroidissement utilisée dans l'essai G a été choisie relativement rapide, pour maximiser le temps de maintien à 725°C. Pour finir, l'influence de la température palier a été étudiée à travers deux autres essais (non présentés dans ce manuscrit), en augmentant cette dernière de 800 à 850°C ; les résultats n'ont montré aucune différence dans la microstructure résultante.

	Austénitisation	Palier	Refroidissement	Transformation
A'	1200°C 5 min	800°C 1 min	-1°C.s ⁻¹	675°C 20 min
B'			Non contrôlé	650°C 5 min
C'	1000°C 5 min		-1°C.s ⁻¹	675°C 20 min
D'			Non contrôlé	650°C 5 min
E	1200°C 5 min		-0,1°C.s ⁻¹	700°C 60 min
F			-0,05°C.s ⁻¹	700°C 140 min
G			-1°C.s ⁻¹	725°C 158 min + -1°C.s ⁻¹ + 675°C 5 min
H			-0,1°C.s ⁻¹	710°C 140 min + -1°C.s ⁻¹ + 675°C 5 min

TABLEAU 1.8 – Traitements thermiques réalisés sur les barreaux de composition hypo-eutectoïde.

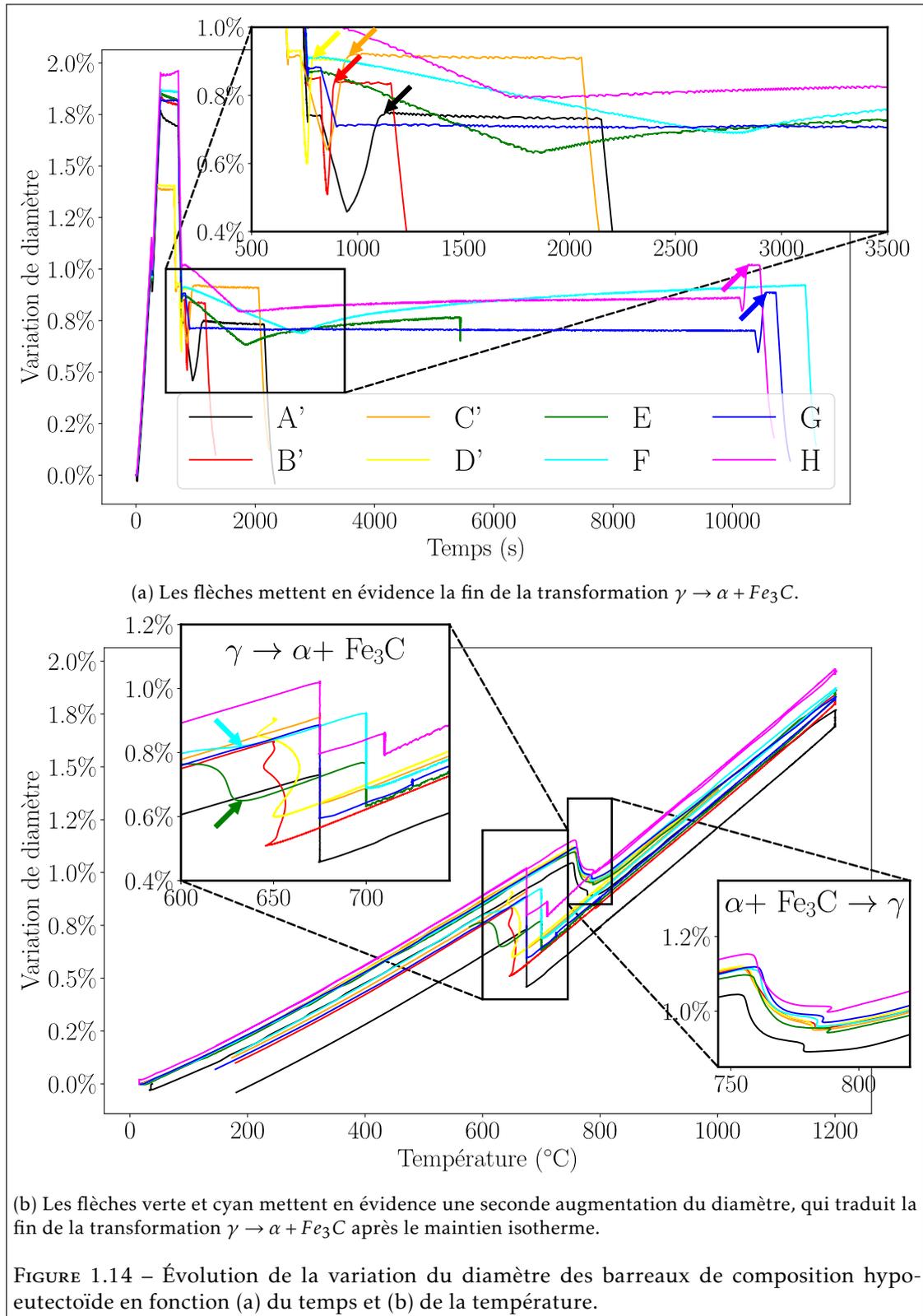
Similairement aux essais sur barreaux de composition eutectoïde, la température dans la région centrale est considérée comme homogène en première approche. L'évolution de la température est tracée pour les huit cycles thermiques sur la figure 1.13. Comme pour les barreaux de composition eutectoïde, le chauffage s'accompagne d'une perturbation de l'augmentation linéaire de la température, caractéristique de la transformation endothermique $\alpha + Fe_3C \rightarrow \gamma$. Cette perturbation renseigne la température de début de transformation austénitique Ac1, qui a lieu aux alentours de 755°C tel que mis en évidence sur la figure agrandie, soit 10°C de plus que dans le cas des barreaux de composition eutectoïde. Les différences d'éléments d'alliage, dont la teneur influe sur la température Ac1 [ZZ19], ne permettent pas d'expliquer le décalage mesuré. Par exemple, il est acquis que l'ajout de silicium permet d'augmenter Ac1, et pourtant la teneur en silicium est plus faible dans l'ER7. À noter que l'essai D' a été, de manière inexplicable, interrompu pendant le maintien isotherme à 650°C. Cependant, les mesures dilatométriques, discutées ci-après, permettent d'assurer que toute l'austénite a effectivement été transformée avant l'interruption.

L'évolution de la variation de diamètre, mesurée par dilatométrie, est tracée pour les huit cycles thermiques en fonction du temps et de la température sur les figures 1.14a et 1.14b respectivement. Les variations obtenues sont typiques des transformations de phase dans les aciers bas carbone : le diamètre augmente linéairement avec la température jusqu'à la température



de début de transformation austénitique Ac_1 , égale ici à environ $755-760^\circ\text{C}$, en accord avec les observations précédentes. Cette transformation s'accompagne d'une diminution du diamètre, puisque la structure Cubique Faces Centrées (CFC) de la phase austénitique est plus compacte que la structure Cubique Centrée (CC) de la phase ferritique. Le diamètre augmente à nouveau linéairement avec la température à partir d'environ $Ac_3 = 810^\circ\text{C}$, ce qui correspond à la fin de la transformation austénitique. La pente $\frac{d(\Delta D)}{dT}$ est plus élevée dans le domaine austénitique que dans le domaine correspondant à la dilatation de la microstructure ferrito-perlitique : il est en effet acquis que le coefficient de dilatation thermique de l'austénite est supérieur à celui de la ferrite. Ces derniers sont estimés ici grossièrement égaux à $\alpha_\gamma = 2,3 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ et $\alpha_{\alpha+Fe_3C} = 1,5 \times 10^{-5} \text{ K}^{-1}$ respectivement. Ces valeurs sont cohérentes au regard de celles trouvées dans la littérature [Jia+15]. Réciproquement, pendant la suite des cycles, le diamètre des barreaux diminue au fur et à mesure du refroidissement, mais augmente ponctuellement pendant la transformation isotherme $\gamma \rightarrow \alpha + Fe_3C$.

En conséquence, ces mesures permettent d'affirmer que toute l'austénite a été transformée à l'issue du maintien isotherme dans les essais A', B', C' et D', tel que mis en évidence par les flèches de couleur correspondante sur la figure 1.14a. En détails, la transformation a été complétée au bout de 35 s et 25 s pour les barreaux transformés à 650°C (B' et D'), et au bout de 180 s et 120 s pour ceux transformés à 675°C (A' et C'). De manière évidente, la durée de la transformation augmente avec la température de la transformation, ce qui est certainement dû au fait que la force motrice de germination diminue. Ces résultats indiquent également que la durée de transformation augmente avec la température d'austénitisation. Une explication est que les grains parents austénitiques étant plus gros, la fraction de joints de grains est moindre,



i.e. il y a moins de sites de germination disponibles.

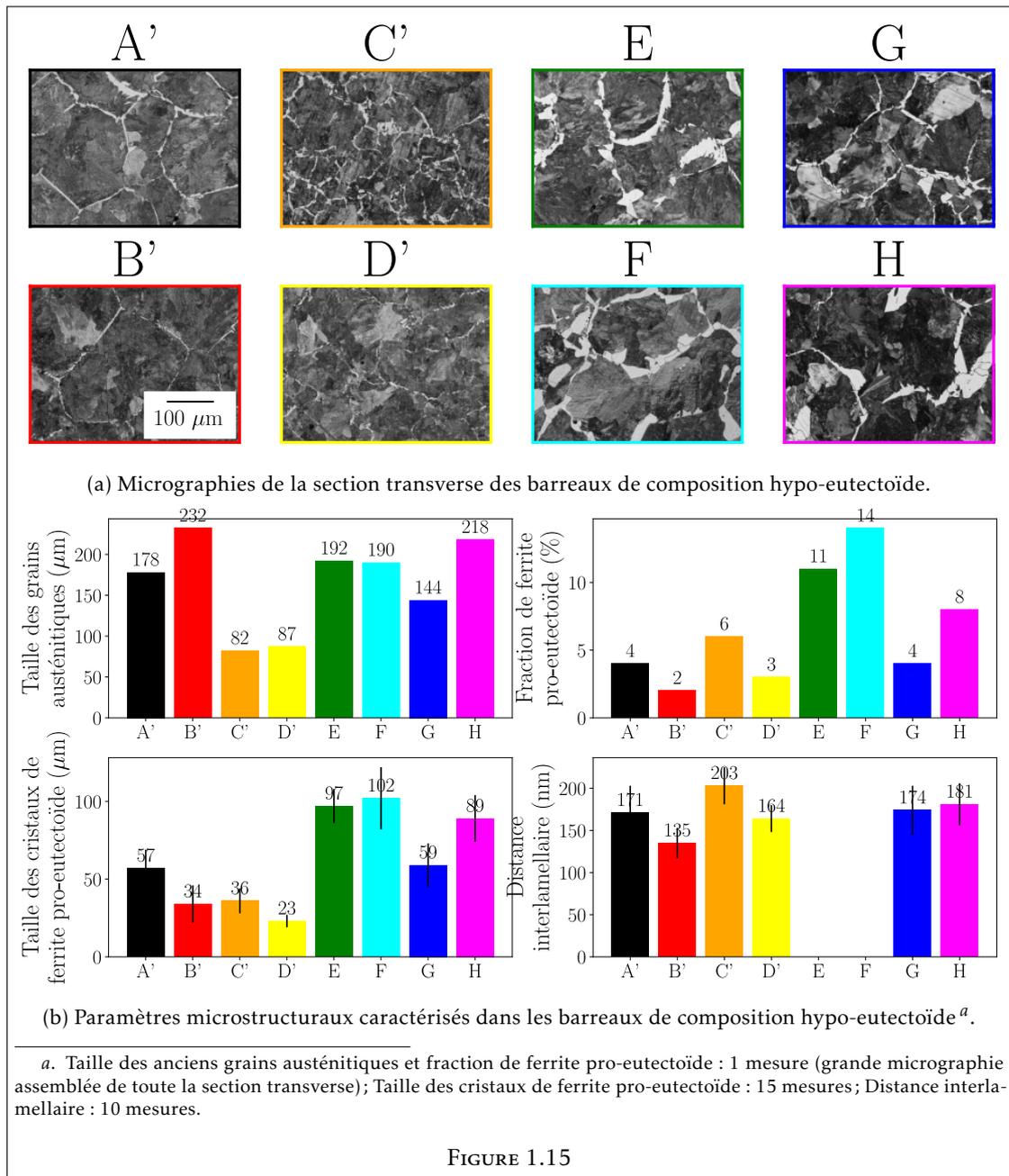
En revanche, dans les essais E et F, la variation de diamètre ne se stabilise pas avant la fin du maintien isotherme : à 700°C, la transformation nécessite plus de 140 min (et a fortiori 60) pour se terminer. De plus, sur la figure 1.14b, le rectangle agrandi de la transformation $\gamma \rightarrow \alpha + Fe_3C$ met en évidence une seconde augmentation du diamètre pendant le refroidissement jusqu'à température ambiante, aux alentours de 630°C (flèches verte et cyan). Cela confirme que toute l'austénite ne s'est pas transformée à l'issue du maintien isotherme. Cette transformation en deux temps est, de manière évidente, accentuée dans l'essai H, qui présente deux transformations isothermes successives à 710°C et 675°C. Toutefois, dans le cas de l'essai G, il semblerait que rien ne se soit passé pendant le premier maintien à 725°C, et donc que l'intégralité de l'austénite se soit transformée à 675°C ; la microstructure résultante est attendue semblable à celle de l'essai A'. En effet, i) les conditions d'austénitisation entre les essais A' et G sont les mêmes, et ii) la durée du palier isotherme à 675°C dans l'essai G est supérieure à celle qui a été nécessaire pour transformer toute l'austénite à la même température dans l'essai A'.

Caractérisation des microstructures élaborées

Chaque barre a été tronçonné transversalement, à mi-longueur, où les mesures de température et dilatométriques ont été réalisées. La microstructure a été caractérisée au microscope optique (fraction de ferrite pro-eutectoïde, taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde, taille des grains parents austénitiques) et au MEB (distance interlamellaire perlitique) suivant la méthodologie présentée au début de ce chapitre et appliquée dans la section 1.1.

Des micrographies sont présentées sur la figure 1.15a, et les résultats correspondants sont détaillés sur la figure 1.15b. Tout d'abord, la taille des anciens grains austénitiques est égale à environ 85 μm pour les deux cycles avec austénitisation à 1000°C (C' et D'), contre $192 \pm 28 \mu\text{m}$ pour les six autres cycles avec austénitisation à 1200°C. Malgré une certaine dispersion, ces résultats rejoignent ceux de Puchi-Cabrera et. al. [Puc+21], qui ont modélisé la taille des grains austénitiques D dans l'ER7, suivant $D \approx (\frac{t}{t_c})^m \exp(-\frac{Q_g}{RT})$, où t et T sont le temps de maintien isotherme et la température d'austénitisation, R est la constante des gaz parfaits, et $t_c = 4,72 \times 10^{-4} \text{ s}$, $m = 0,78$ et $Q_g = 64,1 \text{ kJ mol}^{-1}$ sont des paramètres matériaux identifiés après mesures par attaque thermique. En effet, cette modélisation prédit une taille de grains austénitiques de 79 μm et 179 μm pour des températures d'austénitisation de 1000°C et 1200°C respectivement, en sortie d'un maintien isotherme d'une durée de 5 min. Ainsi, il y a moins de différence entre les grains austénitiques obtenus après maintien à 1200°C et ceux obtenus après maintien à 1000°C dans le cas de la nuance ER7 (179 μm contre 79 μm) que dans le cas de la nuance XC72 (259 μm contre 17 μm). Cela peut être imputé à la plus faible teneur en carbone dans l'ER7 [BLN02], dont la diffusion régit la taille des grains austénitiques.

Ensuite, les microstructures des essais A', B', C' et D' sont constituées de 2 à 6 % de ferrite pro-eutectoïde, présente sous la forme de fins chemins au niveau des anciens joints de grains. La diminution de la température d'austénitisation, et donc de la taille des grains parents, permet d'augmenter légèrement cette fraction en fournissant davantage de sites de germination, mais aux dépens de la taille des grains formés. Surtout, la diminution de la vitesse de refroidissement et l'augmentation de la température de transformation (essais E et F) permettent de former pratiquement 15 % de ferrite pro-eutectoïde. Cette augmentation s'accompagne d'une augmentation de la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde, grâce à l'augmentation de la force motrice de



croissance des grains, par diffusion, avec l'augmentation de la température de transformation isotherme.

Concernant l'essai G, les résultats de caractérisation sont semblables à ceux de l'essai A'. Cela confirme l'hypothèse que toute l'austénite ou presque était encore présente à l'issue du maintien à 725°C, et que toute la microstructure s'est transformée à 675°C. Enfin, la microstructure de

l'essai H présente des fins chemins de ferrite pro-eutectoïde au niveau des anciens joints de grains parents, accompagnés de quelques gros grains équiaxes. Ces derniers ont probablement germé et grossi pendant le maintien à 710°C, comme en témoigne l'augmentation du diamètre du barreau correspondant sur la figure 1.14a. En effet, à cette température, l'augmentation de la force motrice de croissance est compensée par la diminution de la force motrice de germination ; en conséquence, peu de grains ont germé, mais la plupart d'entre eux se sont développés significativement. Le reste de l'austénite s'est transformé en fins chemins de ferrite pro-eutectoïde puis en perlite, a priori pendant le second maintien à 675°C.

Pour finir, les résultats d'espacement interlamellaire diffèrent de ceux dans les barreaux de composition eutectoïde. Les valeurs obtenues augmentent naturellement avec la température de transformation, mais il y a moins de différence entre 675°C et 650°C dans la nuance ER7 que dans la nuance XC72 (environ 200 nm après transformation isotherme à 675°C contre environ 100 nm à 650°C). Il s'agit d'une conséquence de la plus faible teneur en carbone dans l'ER7 [BLN02], dont la diffusion régit la distance interlamellaire. De plus, les résultats semblent indiquer que la distance interlamellaire tend également à augmenter lorsque la température d'austénitisation diminue. Ce résultat reste inexplicé.

Enfin, dans le cas des essais E et F, deux populations distinctes de perlite ont été observées, comme mis en évidence sur la figure 1.16 : certaines colonies de perlite exhibent une structure lamellaire particulièrement grossière (figure 1.16a) et d'autres montrent une distance interlamellaire fine et difficile à résoudre (figure 1.16b). Les deux types de colonies sont observées sur toute la section transversale du barreau, parfois l'une à côté de l'autre. Pour cette raison, aucune valeur moyenne n'est proposée pour ces deux essais. Une hypothèse est que la perlite grossière s'est transformée pendant le maintien à 700°C, où la température élevée a facilité la diffusion du carbone, tandis que la perlite fine s'est transformée pendant le refroidissement jusqu'à température ambiante. Cette hypothèse est renforcée par la seconde augmentation du diamètre des barreaux E et F, mise en évidence par les flèches verte et cyan aux alentours de 630°C sur la figure 1.14b. À cette température, il est probable que la majorité de l'austénite encore présente se soit transformée en perlite fine. Un second argument est que la courbe de transformation des essais E et F passe sous la courbe de début de transformation de perlite avant la fin du maintien à 700°C, selon le diagramme TTT d'un acier type XC50 non montré dans ce manuscrit, même si l'application d'un tel diagramme dans ces essais n'est pas évidente, comme discuté dans la sous-section précédente. Cette distribution bimodale de l'espacement interlamellaire n'est pas retrouvée dans les essais G et H. Les micrographies correspondantes conduisent à une distance interlamellaire moyenne d'environ 170-180 nm, similairement à celle du barreau A'. En conséquence, il apparaît probable que, dans ces deux essais, toute la perlite se soit formée à 675°C.

Choix de traitements thermiques pour essais mécaniques instrumentés

Les cycles thermiques A', B', C' et D', copies des cycles A, B, C et D effectués sur des barreaux de nuance XC72 dans la sous-section précédente, forment encore une microstructure très largement constituée de perlite dans le cas de barreaux de nuance ER7. Ce résultat n'est pas souhaitable dans le cadre des futurs essais mécaniques instrumentés, où les interactions entre constituants seront recherchées. La fraction de ferrite pro-eutectoïde peut être maximisée en diminuant la taille des grains austénitiques, mais cela entraîne forcément une diminution de la taille caractéristique de la microstructure résultante. En conséquence, la meilleure option est d'augmenter le temps et la température de transformation, ce qui permet de se rapprocher des 32 % prédits par la règle des leviers en condition d'équilibre. À 700°C (cycle thermiques E et

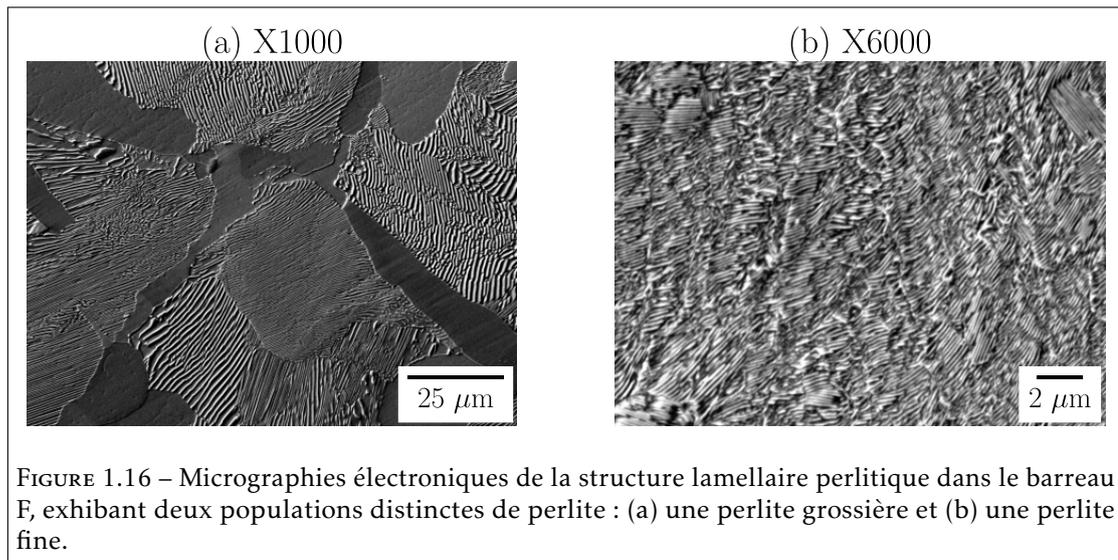


FIGURE 1.16 – Micrographies électroniques de la structure lamellaire perlitique dans le barreau F, exhibant deux populations distinctes de perlite : (a) une perlite grossière et (b) une perlite fine.

F), un bon compromis entre germination et croissance des grains de ferrite pro-eutectoïde a été trouvé, même si il semblerait que cette température se situe en deçà de la courbe de début de transformation de la perlite. En conséquence, la transformation du constituant ferritique n'est pas dissociée de celle de la perlite⁶. À l'inverse, à 710°C (cycle thermique H), seule la ferrite pro-eutectoïde semble se former, et il est possible de jouer unilatéralement sur la perlite transformée en fonction de la suite du cycle thermique. Cet aspect est particulièrement intéressant dans le but d'isoler un paramètre microstructural donné. Toutefois, peu de grains de ferrite ont germé et la fraction résultante du constituant ferritique est réduite.

Au terme de cette campagne d'élaboration, deux cycles thermiques (I et J) ont été réalisés sur des barreaux à l'intérieur desquels deux éprouvettes de traction ont été prélevées. Des essais instrumentés à l'échelle de la microstructure seront réalisés sur ces éprouvettes et analysés dans le chapitre 5, section 5.3. Les cycles thermiques I et J sont détaillés dans le tableau 1.9. Conformément aux discussions précédentes, la température d'austénitisation et la température de transformation sont égales à 1200°C et 700°C respectivement, pour les deux cycles. De plus, la vitesse de refroidissement depuis la température palier a été choisie égale à $-0,05^{\circ}\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$ afin d'assurer une meilleure distribution des éléments d'alliage entre la microstructure parent et la microstructure fille. Dans les deux cas, la durée de maintien isotherme est égale à 140 min, similairement à l'essai F, dans le but de maximiser la fraction de ferrite pro-eutectoïde formée (environ 15% de ferrite pro-eutectoïde est espérée). La différence entre les traitements I et J réside à l'issue du maintien isotherme à 700°C : dans le premier cas (I), le cycle thermique F est reproduit à l'identique : l'austénite résiduelle est transformée en perlite fine pendant le retour anisotherme à température ambiante. Dans le second cas (J), l'austénite résiduelle est transformée en perlite grossière pendant le second court maintien isotherme à 675°C. L'objectif est ainsi d'isoler l'influence de différentes valeurs d'espacement interlamellaire perlitique moyen sur la déformation de microstructures ferrito-perlitiques. De plus, il a été observé que de la perlite (très) grossière avait été formée après un long maintien à 700°C. Cette caractéristique,

6. Il aurait été possible d'arrêter le maintien juste avant de former les premiers nodules de perlite, mais cela aurait demandé un certain nombre d'essais supplémentaires.

attendue dans les microstructures I et J, peut être utilisée avantageusement afin d'obtenir un plus large spectre de microstructures et d'interactions.

	Austénitisation	Palier	Refroidissement	Transformation
I	1200°C 5 min	800°C 1 min	-0,05°C.s ⁻¹	700°C 140 min
J				700°C 140 min + -1°C.s ⁻¹ + 675°C 5 min

TABLEAU 1.9 – Traitements thermiques choisis en vue des essais instrumentés présentés dans le chapitre 5, section 5.3.

Bilan de la section

Des barreaux à microstructure « modèle » contrôlée ont été élaborés en laboratoire à l'aide du simulateur thermomécanique Gleeble 3500-GTC. Dans un premier temps, des microstructures perlitiques homogènes ont été obtenues sur une nuance eutectoïde. Afin d'obtenir une microstructure homogène dans un volume assez grand pour prélever une éprouvette de traction, les cycles thermiques ont été découpés en un traitement d'austénitisation, suivi d'un court palier, et d'un maintien isotherme à température de transformation. Conformément aux attentes, la taille des nodules et la distance interlamellaire augmentent respectivement avec la température d'austénitisation et la température de transformation. Dans un second temps, cette stratégie a été transposée à la nuance ER7 afin d'obtenir des microstructures ferrito-perlitiques. Plusieurs maintiens isothermes à différentes températures de transformation ont été réalisés, ce qui a notamment permis de dissocier la transformation du constituant ferritique pro-eutectoïde de celle de la perlite. De plus, en cherchant à maximiser la fraction de ferrite pro-eutectoïde, deux populations de perlite (grossière et fine) ont été observées au sein d'une même microstructure. À noter que ces résultats ont été obtenus en jouant finement sur la plage de températures de transformation isotherme pour former de manière contrôlée la ferrite pro-eutectoïde et la perlite.

Méthode de mesure de champs mécaniques à l'échelle de la microstructure

Caractériser finement les hétérogénéités de déformation dans un polycristal métallique requiert des mesures à l'échelle de sa microstructure. Dans ce but, les mesures de champs cinématiques sous sollicitation mécanique sont une stratégie performante qui a été utilisée dans de nombreuses études [WB21]. En particulier la méthode de Corrélation d'Images Numériques (CIN) est un candidat évident en raison de sa simplicité et de sa versatilité. Toutefois, si réaliser un essai instrumenté avec CIN à l'échelle macroscopique ne présente pas de difficulté majeure, l'obtention de mesures précises à l'échelle microscopique s'accompagne de plusieurs défis. La section 2.1 présente les caractéristiques importantes de la CIN au regard de l'objectif de ce travail et détaille la méthode de mesure mise en place. La section 2.2 illustre les points forts et limites de la chaîne de mesure par l'intermédiaire d'un essai exemple sur microstructure ferrito-perlitique. À noter que seule la CIN d'images à deux dimensions est traitée. En effet l'absence de contraste de phase dans le volume d'une éprouvette en acier ferrito-perlitique empêche la mesure de champs cinématiques en trois dimensions à partir d'images obtenues par tomographie par rayons X. D'autres techniques telles que la diffraction des rayons X à haute énergie seraient envisageables mais s'accompagnent de contraintes supplémentaires [Ber+20].

2.1 Mesures de champs cinématiques à l'échelle de la microstructure par méthode de Corrélation d'Images Numériques

2.1.1 Méthode de Corrélation d'Images Numériques

La méthode de CIN a acquis une grande renommée depuis les travaux pionniers réalisés il y a bientôt 40 ans [CRS85; PR82; Sut+83]. En conséquence les détails théoriques et pratiques de la chaîne de mesure ont fait l'objet de nombreuses études, telles que [Int18; Pan18; PXW10; SBS00; SOS09], et ne seront pas énoncés exhaustivement dans ce manuscrit. Toutefois une vue d'ensemble reprenant les aspects importants pour ce travail est proposée dans cette sous-section.

Corrélation

L'objectif de la méthode est d'extraire les champs de déplacement locaux à partir d'une recherche de correspondance entre une image de référence et une image déformée. Les champs de déformation sont dérivés des champs de déplacement. La recherche de correspondance est effectuée en minimisant un terme d'« énergie d'image ». Ce terme est la différence d'intensité des niveaux de gris entre l'image de référence et l'image déformée transformée, la transformation étant la fonction inverse de la transformation mécanique. Sous l'hypothèse de conservation du flot optique, c'est-à-dire que les intensités de niveaux de gris sont conservées pendant la transformation, le problème peut être écrit comme suit :

$$\bar{d}_{sol} = \arg \min_{(\bar{u}, \bar{v})} \iint |g(x+u, y+v) - f(x, y)|^2 dx dy \quad (2.1)$$

où $\bar{d}_{sol} = (\bar{u}_{sol}, \bar{v}_{sol})$ est le vecteur de déplacement solution et f et g sont les intensités de niveaux de gris des images de référence et déformées respectivement. Les deux images sont interpolées sous le pixel pour gagner en précision. Le critère de corrélation choisi dans l'équation 2.1 est la somme des moindres carrés. Le calcul de l'intégrale est itéré en suivant un processus d'optimisation tel que la descente de gradient jusqu'à ce que son minimum soit trouvé. Une stratégie pyramidale est utilisée afin d'éviter les minima locaux et la convergence vers une mauvaise solution. La qualité de la solution finale peut être évaluée par le champ de résidus de corrélation r :

$$r = g(x + u_{sol}, y + v_{sol}) - f(x, y) \quad (2.2)$$

Plus la solution calculée est bonne, plus les résidus (en niveaux de gris) sont proches de zéro.

Cependant, l'équation 2.1 est un problème mal posé : le vecteur de déplacement solution ne peut pas être déterminé de manière unique. En effet, le niveau de gris d'un pixel de l'image de référence peut correspondre à la valeur de plusieurs autres pixels de l'image déformée. Il n'est donc pas possible de trouver sa correspondance : c'est le problème d'ouverture. Pour obtenir un problème bien posé, il faut i) discrétiser l'image de référence et l'image déformée en de plus petites régions à l'intérieur desquelles un seul vecteur de déplacement est calculé et/ou ii) régulariser, c'est-à-dire ajouter une hypothèse de lissage. Un exemple de régularisation consiste à ajouter un terme d'« énergie mécanique » qui agit comme un pénalisateur robuste. Le problème devient :

$$\bar{d}_{sol} = \arg \min_{(\bar{u}, \bar{v})} (E_{image} + \beta E_{mecanique}) \quad (2.3)$$

où E_{image} est le terme d'énergie d'image, qui correspond par exemple au terme minimisé dans l'équation 2.1, $E_{mecanique}$ est le terme d'énergie mécanique de régularisation de la solution et β est un poids mathématique. En pratique, les images de référence et déformées sont également discrétisées mais la régularisation permet d'obtenir des régions de taille plus petite [FGC13]. À noter que dans le cas particulier où le vecteur de déplacement recherché est une combinaison linéaire (des coordonnées), par exemple une déformation homogène, l'équation 2.1 est bien posée et ne nécessite pas de régularisation. C'est le cas lorsqu'une grandeur macroscopique est recherchée [HR06], par exemple avec la méthode homogène de YADICS (voir la sous-section 2.1.3).

Algorithmes

On distingue principalement deux types d'algorithmes de CIN : les algorithmes dits « locaux » et ceux « globaux ». Dans les algorithmes locaux, les images de référence et déformées sont discrétisées et chaque région est traitée indépendamment des autres. Par conséquent, le champ de déplacement calculé est discontinu. Les régions sont appelées « imagettes ». Chaque imagette de l'image de référence est mise en correspondance avec l'imagette correspondante de l'image déformée. La fonction de forme recherchée pour l'imagette déformée dépend de la transformation mécanique : des fonctions de forme avec un ordre trop petit entraînent une erreur systématique plus élevée, mais celles avec un ordre trop grand sont généralement plus sensibles au bruit [SS02]. Les algorithmes de CIN locaux sont reconnus pour leur robustesse et leur précision, ainsi que pour leur grande efficacité de calcul [Pan+15]. Ils sont implémentés dans la plupart des logiciels commerciaux de CIN. Cependant, le choix de la taille de l'imagette est un compromis entre la résolution spatiale et la précision. Une correspondance robuste d'un algorithme local exige que les imagettes soient suffisamment grandes, offrant ainsi une résolution spatiale moyenne. Similairement, les champs de déplacement peuvent être lissés après le calcul afin de diminuer le bruit de mesure, mais les hétérogénéités physiques sont inévitablement diffusées dans le processus. En conséquence, la résolution spatiale des algorithmes locaux est généralement limitée.

Dans les algorithmes globaux, la continuité du déplacement est assurée sur l'ensemble de l'image. Des représentations continues du champ de déplacement sont introduites, telles que les fonctions B-Spline [Rét+10] ou les formulations par éléments finis [BHR06]. Des formulations étendues ont également été proposées pour tenir compte des discontinuités de déplacement telles que les fissures [RHR07]. Ces représentations continues jouent un rôle de régularisation. En conséquence, les images de référence et déformées peuvent être discrétisées dans des régions plus petites qu'avec les méthodes locales, ce qui conduit à une plus grande résolution spatiale. Enfin, le maillage par éléments finis offre une correspondance optimale pour un dialogue avec des simulations numériques, tel un calcul avec la méthode des éléments finis.

Procédure

La procédure d'un essai instrumenté avec CIN consiste en trois étapes : la préparation de la surface de l'éprouvette avant l'essai, l'acquisition d'images de cette dernière sous sollicitation mécanique et enfin le calcul des champs cinématiques.

- *Préparation de l'échantillon* : la méthode de CIN étant basée sur les intensités des niveaux de gris, l'algorithme de recherche de correspondance nécessite des variations aléatoires de ces derniers comme support de l'information de la cinématique locale. La texture naturelle de la surface de l'éprouvette peut suffire. Cependant, dans la plupart des cas, un motif de mouchetis est fabriqué artificiellement. La technique de fabrication dépend de la taille visée et des contraintes imposées par l'essai ; divers exemples sont présentés dans [DP17]. Les caractéristiques d'un bon mouchetis sont un contraste élevé, une densité importante, un caractère aléatoire, des tâches de taille entre 3 et 5 pixels, pas de dégradation pendant l'essai, pas de réflexion et une reproduction parfaite du mouvement de la surface de l'échantillon [Int18]. La fabrication d'un bon mouchetis conditionne le reste de la chaîne de mesure.
- *Acquisition d'images* : les images peuvent être de source optique, électronique (avec un MEB notamment) ou autre. Le montage le plus simple consiste en un objectif fixé sur une caméra numérique. Plusieurs caméras peuvent être utilisées pour obtenir des mesures cinématiques dans les trois directions de l'espace : c'est la stéréo-corrélation. Le choix du

dispositif est fonction de la distance de travail, du grossissement et de la profondeur de champ visés. D'autres aspects tels que la distorsion de l'objectif, le vignettage, le bruit de la caméra, le format de l'image, la méthode de lecture et un éventuel mouvement hors du plan pendant l'essai doivent être soigneusement pris en compte [Sut+08b; Pan+13; Int18]. La surface de l'échantillon doit être éclairée par un éclairage homogène non chaud sans effet de scintillement [JR18]. Avant le début de l'essai mécanique, il convient d'accorder une grande attention au réchauffement de la caméra [MPM12] et au parallélisme entre la surface de l'échantillon et le capteur [Wit+15].

- *Calcul des champs cinématiques* : les champs de déplacement et de déformation sur la surface de l'éprouvette soumise à un chargement mécanique sont calculés à partir des images comme mentionné précédemment. Le choix de l'interpolateur, les critères de corrélation, le processus d'optimisation, la séquence pyramidale, la taille des éléments, la fonction de forme des éléments et la stratégie de régularisation sont autant de paramètres qui affecteront la solution. Le choix de ces paramètres dépend de la texture de la surface de l'éprouvette qui elle-même dépend du dispositif métrologique utilisé. Le champ de résidus, la quantification de l'incertitude et la comparaison avec d'autres méthodes permettent d'évaluer la qualité de la solution. Cependant, il n'existe pas de "bonne" solution mais un compromis précision – résolution spatiale qui dépend avant tout de l'objectif visé.

Incertitude de mesure

À cause de la complexité de la chaîne de mesure optique-numérique-mathématique, la quantification de l'incertitude de mesure n'est pas triviale. De nombreux travaux ont été réalisés pour quantifier l'erreur théorique de correspondance des déplacements dans les algorithmes locaux [SOS09]. Cependant, la théorie mathématique est plus compliquée lorsqu'un terme de régularisation est ajouté. En outre, l'erreur est sous-estimée en raison de la non linéarité de la chaîne de mesure de CIN. Il est encore plus compliqué de quantifier avec précision l'incertitude sur les déformations à cause de l'opération de dérivation. Pour ces raisons, l'erreur est seulement estimée en pratique. Deux méthodes sont recensées dans la littérature : premièrement, des mouvements de corps rigide dans le plan du capteur et perpendiculairement à ce plan peuvent être effectués avant l'essai [HB08]. Ils permettent d'évaluer l'ensemble de la chaîne de mesure mais ils induisent des champs cinématiques homogènes qui ne sont souvent pas représentatifs des transformations mécaniques réelles. En particulier une translation de corps rigide « dans le plan » (respectivement « hors-plan ») induit un déplacement (respectivement une déformation) homogène. Ces mouvements de corps rigide peuvent également être réalisés après l'essai si une dégradation de la surface de l'éprouvette est envisagée (dans le cas d'un suivi de fissure notamment). Une deuxième méthode consiste à déformer numériquement l'image de référence et à comparer les résultats mesurés avec la transformation cinématique appliquée (connue) [Bor+09]. Une déformation plastique hétérogène représentative de l'essai mécanique peut ainsi être générée [LCD10; Wan+12b]. Cependant, seule une partie de la chaîne de mesure est évaluée. En particulier, les erreurs provenant du système optique et de sa configuration géométrique ainsi que du capteur de la caméra et de ses propriétés générales ne sont pas prises en compte. Par conséquent, la première méthode sera privilégiée dans ce travail.

2.1.2 Défis imposés par l'échelle microscopique

Obtenir des mesures précises à l'échelle de la microstructure des organes ferroviaires, présentée dans le chapitre 1, implique de pousser l'inévitable compromis précision – résolution spatiale dans ses retranchements. En particulier, il s'agit de gagner en résolution spatiale sans accroître les erreurs systématique et aléatoire de mesure. Une réponse usuellement apportée par la communauté scientifique est la *CIN* « hautement résolue » à partir d'images électroniques [Sut+07a; Sut+07b; DGd15; Sti+20]. Réaliser un essai mécanique *in-situ* sous *MEB* permet ainsi d'obtenir une résolution spatiale nanométrique et une superposition facilitée des champs cinématiques sur la microstructure. À l'inverse, la correction des distorsions spatiale et temporelle est un défi, le couplage avec des mesures thermiques est complexe, l'acquisition d'images en continu sans interruption du chargement est impossible et, non des moindres, le champ de vision est trop petit pour mesurer les champs cinématiques sur toute la largeur de l'éprouvette¹. Ce dernier point complique le dialogue expérimental-numérique qui, pour un recours optimal à l'équilibre, nécessite la préservation des surfaces libres de l'éprouvette. De plus, si le champ de vision est trop petit, la question de la représentativité des mesures vis-à-vis de la surface de l'éprouvette (et a fortiori de toute l'éprouvette) se pose : travaille t'on sur un volume élémentaire représentatif? Pour toutes ces raisons la *CIN* à base d'images de source optique est privilégiée dans ce travail. Les défis, présentés ci-après, ne sont pas moins nombreux.

Objectif macro monté sur une caméra

Le choix le plus simple en matière de dispositifs optiques est de choisir une caméra dotée d'un grand capteur et un objectif à fort grossissement. Toutefois si le capteur est trop grand par rapport aux caractéristiques de l'objectif, les images résultantes s'accompagneront de vignettage. De plus les objectifs à fort grossissement ont une faible profondeur de champ, parfois de l'ordre du micromètre. En conséquence, une préparation fine est nécessaire pour garantir la planéité de la surface de l'échantillon, le parallélisme entre cette dernière et le capteur de la caméra doit être assuré et les images risquent de ne plus être focalisées en cas de mouvement hors-plan pendant l'essai. De manière générale, l'erreur systématique induite par tout mouvement hors-plan est augmentée lorsque la distance de travail est petite, ce qui est inévitable avec un objectif à fort grossissement. Des méthodes de compensation ont été mises au point à l'échelle macroscopique [Wit+15], compensation qui s'effectue au détriment du champ de vision utile et qui est donc intolérable à l'échelle microscopique. De même des méthodes de stéréo-corrélation mono-caméra ont été développées, par exemple à l'aide d'un biprisme, mais entraînent une réduction de la taille du capteur utile [PYZ18].

Enfin, les images obtenues avec ces objectifs sont sujettes à une perte de netteté par diffraction. Cette limite physique, malheureusement incontournable, est exacerbée par la combinaison d'optique à fort grossissement et d'une petite ouverture (recherchée pour augmenter la profondeur de champ). Cette difficulté est illustrée avec la figure 2.1. Ce phénomène est bien connu en macrophotographie où la notion d'ouverture effective est introduite. Il est cependant peu rapporté au sein de la communauté de *CIN*, à l'exception de [Han+21], car les études portant sur des optiques à fort grossissement ne sont pas nombreuses. La précision des mesures cinématiques est évidemment réduite si l'image perd en netteté. La recherche de correspondance peut même échouer si la texture n'est plus reconnaissable. Cela conduit à un compromis entre profondeur de champ et netteté des images.

1. Une étude récente a toutefois réussi à acquérir et assembler un grand nombre d'images *MEB* afin de couvrir une large zone [Che+18].

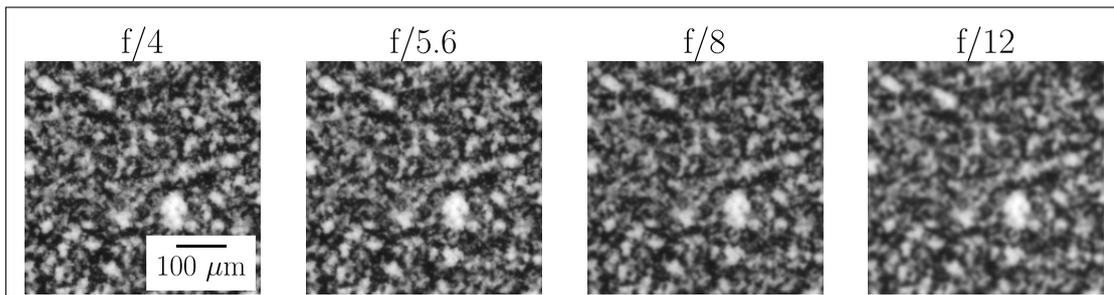


FIGURE 2.1 – Influence de l'ouverture de l'objectif sur la netteté des images. Les images ont été acquises avec une caméra Ximea CB500MG et un objectif Laowa Ultra Macro 25 mm à grossissement X5.

Alternatives métrologiques

Parmi les alternatives métrologiques, il est envisageable d'utiliser un objectif télécentrique, des objectifs de microscope [Nic+11; SLM97] ou un stéréomicroscope [Gon+20; RK16; Sut+08a]. Si un objectif télécentrique est utilisé, l'erreur systématique induite par des mouvements hors-plan est grandement diminuée [Sut+08b] et les distorsions optiques sont souvent négligeables. En revanche ces objectifs présentent non seulement un grossissement modéré mais sont également davantage adaptés aux caméras dotées d'un petit capteur. À l'inverse, les objectifs de microscope offrent a priori de meilleures performances à fort grossissement que ceux conventionnels, mais les distorsions optiques sont importantes. Il est également possible de gagner en résolution spatiale en travaillant sous microscope optique et/ou en assemblant des micrographies hautement résolues [Car+10; Liu+19]. Toutefois, ce dernier point ne permet pas l'acquisition d'images en continu. Enfin, acquérir les images avec un stéréomicroscope présente les avantages d'un microscope optique tout en permettant de mesurer les champs cinématiques dans les trois directions de l'espace comme tout dispositif de stéréo-corrélation. La complexité est alors de calibrer le stéréomicroscope, c'est-à-dire d'estimer les paramètres intrinsèques (distances focales, centres optiques, distorsion) et extrinsèques (angle de stéréovision, position des caméras entre elles et par rapport à la surface de l'éprouvette). En particulier le modèle simple du sténopé, approprié pour un dispositif macroscopique, n'est pas adapté à l'optique complexe d'un stéréomicroscope [LL20; Ren+15; SGS04].

Production d'une texture fine

La production d'une texture dotée de variations aléatoires de niveaux de gris constitue un défi supplémentaire à l'échelle microscopique. Un premier essai a montré que la microstructure du matériau ne pouvait pas être utilisée telle quelle. En effet la surface d'une éprouvette à microstructure ferrito-perlitique a été divisée en deux avec d'un côté une texture résultante d'un mouchetis artificiel et de l'autre côté une texture fournie par la microstructure révélée avec attaque chimique après polissage miroir. L'éprouvette a été sollicitée en traction monotone jusqu'à 0,2 % de déformation macroscopique. Les champs cinématiques ont été mesurés par CIN avec la méthode décrite ci-après. Le champ de résidus r à 0,2 % de déformation, calculé avec l'équation 2.2 et visualisable sur la figure 2.2, présente des valeurs plus proches de zéro dans le côté moucheté de l'éprouvette.

En conséquence un mouchetis doit être fabriqué artificiellement. En tant que support de

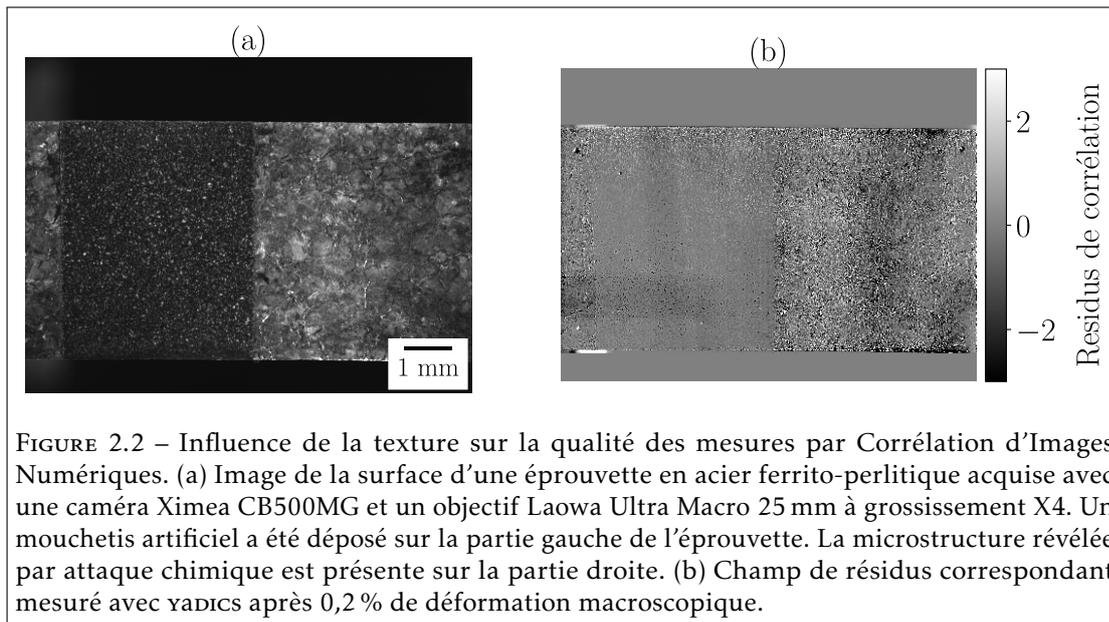


FIGURE 2.2 – Influence de la texture sur la qualité des mesures par Corrélation d'Images Numériques. (a) Image de la surface d'une éprouvette en acier ferrito-perlitique acquise avec une caméra Ximea CB500MG et un objectif Laowa Ultra Macro 25 mm à grossissement X4. Un mouchetis artificiel a été déposé sur la partie gauche de l'éprouvette. La microstructure révélée par attaque chimique est présente sur la partie droite. (b) Champ de résidus correspondant mesuré avec γ ADICS après 0,2 % de déformation macroscopique.

l'information de la cinématique locale, la taille du mouchetis doit suivre la taille d'un pixel. Cela devient un défi à fort grossissement où la seule utilisation de peinture ne suffit pas. Malheureusement les méthodes de fabrication de mouchetis utilisés pour les essais sous MEB produisent des tâches nanométriques trop fines pour les images optiques. Les solutions possibles consistent à utiliser la lithographie par contact pour transférer le mouchetis fin sur la surface de l'échantillon ou à utiliser des particules de taille calibrée [Wan+12a]. Dans tous les cas un contraste élevé, une densité importante, le caractère aléatoire et la reproduction parfaite de la déformation de l'échantillon doivent être préservés.

2.1.3 Solution adoptée dans ce travail

Dispositif optique

En gardant en tête l'objectif d'optimiser le compromis précision – résolution spatiale, la solution privilégiée initialement était de développer un dispositif métrologique de stéréo-corrélation autour d'un stéréomicroscope. Cette solution est notamment capable de mesurer fidèlement la déformation d'un polycristal métallique qui se produit a priori suivant les trois directions de l'espace. Malheureusement le développement n'a pas abouti suffisamment rapidement (la principale difficulté rencontrée a été l'incapacité à calibrer avec précision le stéréomicroscope). En conséquence l'acquisition d'images pendant les essais instrumentés présentés dans ce travail est réalisée avec un objectif à fort grossissement monté sur une caméra haute résolution. La caméra utilisée est une Ximea CB500MG équipée d'un capteur CMOS noir et blanc de 7920×6004 pixels de taille $4,6 \mu\text{m}$ qui capture théoriquement jusqu'à 30 FPS en acquisition « global shutter ». L'objectif est un modèle Laowa Ultra Macro 25 mm dont le nombre-F est compris entre 2.8 et 22 et le grossissement entre 2.5 et 5. En particulier, au grossissement maximal, la taille d'un pixel atteint 920 nm et le champ de vision mesure $7.3 \times 5.5 \text{ mm}^2$. Cependant la distance de travail avec ce même grossissement est d'environ 40 mm. Les ouvertures envisagées sont f/4 et f/5.6 qui offrent les meilleures performances en considérant distorsions optiques, profondeur

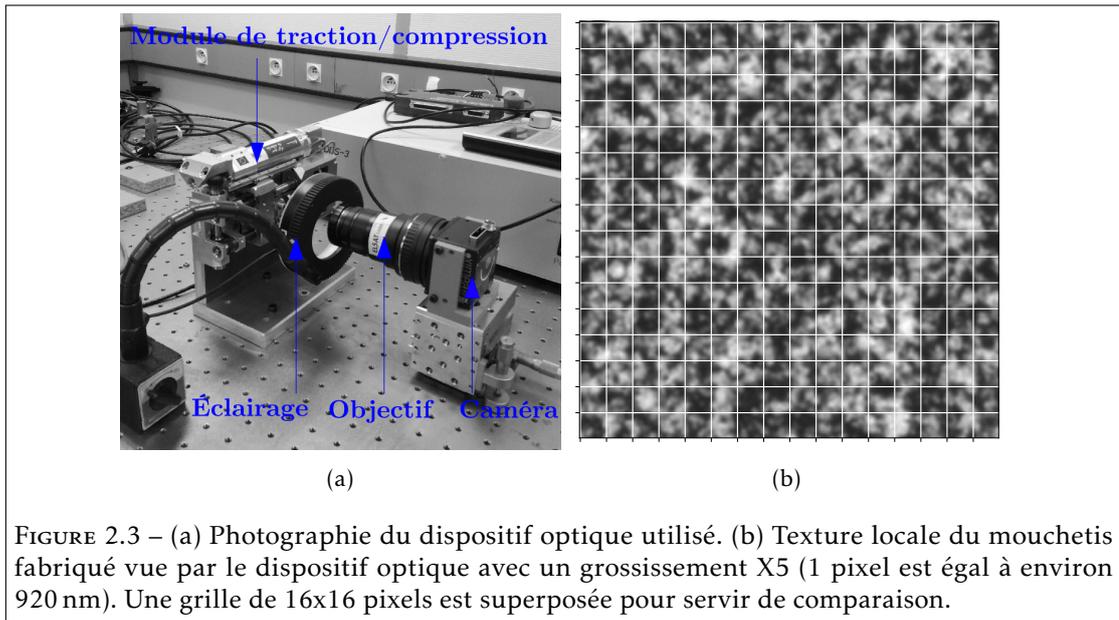


FIGURE 2.3 – (a) Photographie du dispositif optique utilisé. (b) Texture locale du mouchetis fabriqué vue par le dispositif optique avec un grossissement X5 (1 pixel est égal à environ 920 nm). Une grille de 16x16 pixels est superposée pour servir de comparaison.

de champs et perte de netteté par diffraction. Ces ouvertures conduisent à une profondeur de champ égale approximativement à 100 μm et 120 μm respectivement. L'éclairage est apporté par une LED annulaire CCS HPR2-100BL sans effet de scintillement et avec une lumière bleue (i.e. faible longueur d'onde) permettant de minimiser l'impact de la diffraction. Le dispositif optique est fixé sur une table de translation triaxe pour assurer un positionnement fin. De plus, les essais sont réalisés sur une table d'optique anti-vibration. Une photographie du dispositif utilisé est présentée sur la figure 2.3a.

Fabrication du mouchetis

La texture en surface de l'éprouvette imagée par le dispositif présenté ci-dessus doit présenter idéalement des tâches noires et blanches de taille entre 2 et 4 μm . La technique de fabrication de mouchetis mise en place dans ce travail est de type vaporisation de particules de petite taille. Une couche noire homogène est d'abord appliquée à l'aide de peinture acrylique noire. Ensuite, une poudre de carbonate de calcium blanc est dispersée dans une solution d'éthanol. La dispersion est effectuée dans un bain à ultrasons. Cette solution est finalement vaporisée avec un aérographe à tête fine sur la couche de peinture noire. Le mouchetis obtenu est aléatoire, fin, dense, contrasté et reproduit fidèlement la déformation de la surface de l'éprouvette. Il est présenté figure 2.3b. Le processus, bien qu'opérateur-dépendant, est simple et rapide.

Calcul des champs cinématiques

Le calcul des champs de déformation à partir de la mesure des champs de déplacement est effectué avec la plateforme de cin 2D et 3D `YADICS`, développée en laboratoire, et éprouvée à de multiples reprises [Hos+17; Li+17]. Elle offre à la fois les possibilités d'utiliser un algorithme local et/ou un algorithme global basé sur une décomposition en éléments finis quadrilatères. Une méthode « homogène » peut également être utilisée pour la recherche de valeurs homogènes,

notamment pour servir d'extensomètre optique. Cette méthode ne nécessite pas de discrétiser les images en imagerie ou éléments. Des interpolations bi-cubique et linéaire sont proposées. Le critère de corrélation choisi est la somme des moindres carrés. Le processus d'optimisation suit un schéma de descente du gradient. Il est possible de passer d'une méthode à l'autre entre chaque échelle de la pyramide de calcul. En particulier, une estimation initiale de la solution peut être évaluée en utilisant une méthode homogène. La solution peut ensuite être projetée sur une discrétisation par éléments finis à une échelle plus fine pour utiliser la méthode globale. Les champs obtenus avec `YADICS` sont Lagrangiens et se placent dans le référentiel initial (i.e. correspondant à l'image de référence). À noter qu'aucune régularisation de Tikhonov n'est utilisée. En effet, Cachier et al. ont démontré que le problème de minimisation des termes d'énergie d'image et d'énergie mécanique peut être reformulé en résolvant l'équation puis en appliquant un filtre gaussien après chaque itération de descente de gradient [Cac+03]. La méthode globale de `YADICS` s'inspire de cette stratégie mais utilise un filtre médian à la place. Il s'agit d'une norme L^1 approchée qui présente l'avantage de préserver les discontinuités, ce qui est essentiel pour l'objectif visé².

Nomenclature

Dans ce manuscrit, les indices x et y font référence aux directions axiale et transverse des essais de traction. Ces directions correspondent respectivement aux directions horizontale et verticale du capteur de la caméra. De plus, z est la direction normale à la surface des éprouvettes et au capteur de la caméra. Les composantes axiale et transverse du vecteur de déplacement calculé avec `YADICS` sont notées respectivement u et v . L'hypothèse des petites transformations est retenue et le tenseur (symétrique) des déformations infinitésimales est égal à :

$$\underline{\underline{\epsilon}} = \begin{pmatrix} \epsilon_x & \epsilon_{xy} & \epsilon_{xz} \\ & \epsilon_y & \epsilon_{yz} \\ & & \epsilon_z \end{pmatrix}$$

où les déformations axiale $\epsilon_x = \frac{\partial u}{\partial x}$ et transverse $\epsilon_y = \frac{\partial v}{\partial y}$ sont calculées par dérivation numérique du vecteur déplacement, et la déformation de cisaillement est égale à $\epsilon_{xy} = \frac{1}{2} \times (\frac{\partial u}{\partial y} + \frac{\partial v}{\partial x})$. De plus, la rotation (dans le plan) est égale à $\omega_{xy} = \frac{1}{2} \times (\frac{\partial v}{\partial x} - \frac{\partial u}{\partial y})$. En revanche, les composantes hors-plan ϵ_{xz} , ϵ_{yz} et ϵ_z du tenseur des déformations ne sont pas connues. En conséquence, la déformation équivalente de von Mises (dans le plan) est calculée égale à $\epsilon_{vm} = \sqrt{\frac{4}{9}(\epsilon_x^2 + \epsilon_y^2 - \epsilon_x \epsilon_y) + \frac{4}{3}\epsilon_{xy}^2}$. À noter qu'une notation en lettre capitale renvoie à une valeur moyennée sur la Région d'Intérêt (zone avec mouchetis), ou « Region Of Interest » en anglais (ROI). De plus, dans ce chapitre³, l'indice H fait référence à une mesure scalaire (sur l'ensemble de l'image) calculée avec la méthode homogène de `YADICS`. Enfin, la contrainte macroscopique calculée depuis la charge mesurée par la cellule d'effort est notée Σ .

2. À noter que cela conduit à une double régularisation : la première avec la discrétisation par éléments finis et la seconde à travers le filtre médian. Afin de s'affranchir d'une de ces régularisations, des travaux ont été entamés autour des algorithmes d'estimation du flot optique qui conduisent à des résultats denses, i.e. au pixel. Ces travaux, prometteurs mais manquant de maturité, ne sont pas utilisés dans ce manuscrit.

3. Par exemple, dans ce chapitre, $E_{x,H}$ désigne la déformation axiale macroscopique mesurée par méthode homogène. En revanche, par soucis d'allègement, cette grandeur sera notée E_x dans les chapitres suivants.

Dispositif expérimental

Les essais de traction présentés dans ce travail ont été réalisés à l'aide d'un micro-module de traction/compression Kamrath & Weiss, équipé d'une cellule de charge 10 kN, qui permet d'accéder à la contrainte macroscopique appliquée sur l'éprouvette pendant les essais. En pratique, le dispositif optique est fixé sur une table de translation triaxe et synchronisé avec la sortie machine grâce à une carte d'acquisition Labjack T7-Pro. Les essais sont pilotés en déplacement. Le pilotage, l'acquisition de l'ensemble des données et l'asservissement de la machine sont assurés grâce à la bibliothèque Python CRAPPY développée en laboratoire [Cou+21]. Il est notamment possible d'utiliser les images acquises pendant l'essai pour mesurer en temps réel la déformation macroscopique appliquée par vidéo-extensométrie, et adapter la consigne en fonction.

Bilan de la section

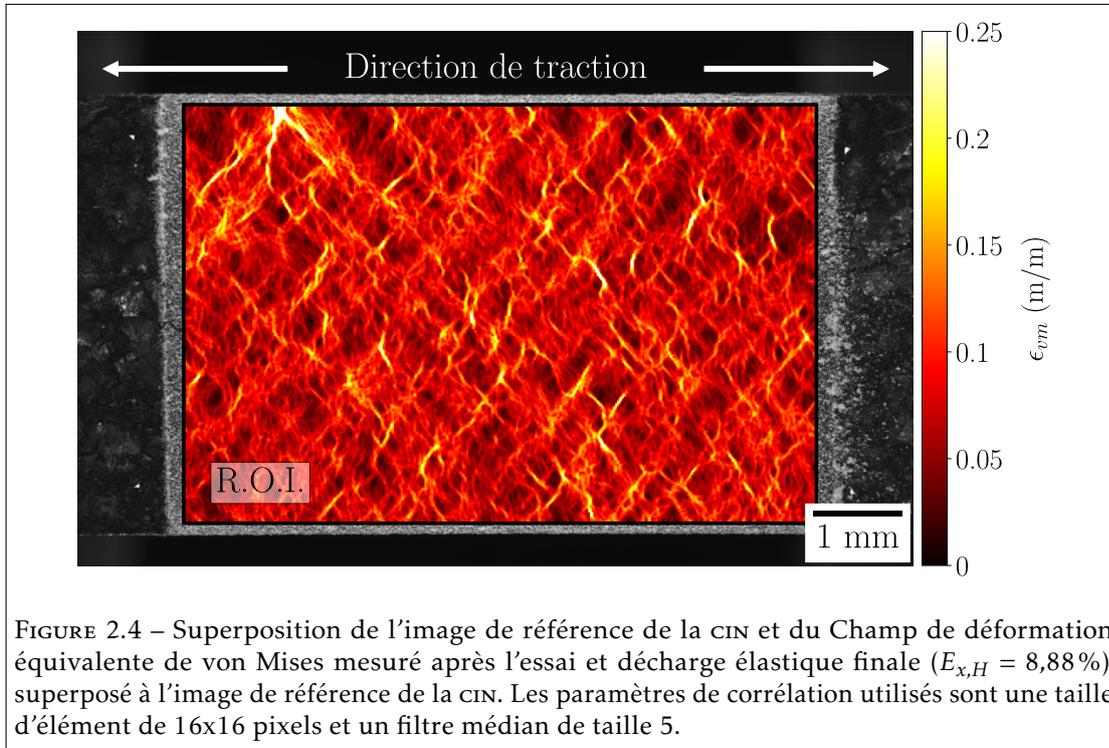
La Corrélation d'Images Numériques, en expansion impressionnante depuis quelques dizaines d'années, est une méthode bien documentée. Néanmoins sa chaîne de mesure complexe et non linéaire nécessite de nombreuses réflexions à l'échelle de la microstructure. En particulier le compromis résolution spatiale – précision de mesure inhérent à la méthode est exacerbé à cette échelle : la résolution des images est affaiblie, la production d'une texture fine est moins immédiate et l'erreur induite par les mouvements hors-plan est accrue. En parallèle mesurer la cinématique dans les trois directions de l'espace à cette échelle nécessite des méthodes spécifiques. La réponse à ces problématiques adoptée dans ce travail est l'utilisation d'une caméra haute résolution accompagnée d'un objectif à fort grossissement. La taille de pixel résultante est inférieure au micromètre au grossissement maximal malgré un champ de vision atteignant 40 mm^2 . Un mouchetis fin et dense est fabriqué par dispersion de particules de petite taille. Les champs de déplacement et de déformation sont calculés avec une méthode globale de type décomposition en éléments finis, ce qui permet d'affiner la discrétisation des mesures.

2.2 Avantages et limites de la méthode : essai exemple

La chaîne de mesure proposée ci-dessus est éprouvée à travers un premier essai de traction monotone sur éprouvette à microstructure ferrito-perlitique. Cette éprouvette a été extraite à cœur d'un axe refoulé à chaud de nuance d'acier EA1N, sous la portée de calage. Une microstructure grossière, caractérisée dans le chapitre 1, section 1.1, est ainsi attendue, facilitant les mesures. La section réduite de l'éprouvette est égale à $4.97 \times 1.86 = 9,68 \text{ mm}^2$ (géométrie donnée dans l'annexe B). L'essai est arrêté lorsque la déformation macroscopique atteint environ 10 %. Cette valeur cible permet d'accumuler suffisamment de plasticité en surface de l'éprouvette pour comparer sereinement les champs cinématiques mesurés avec les observations microscopiques, tout en se plaçant à la limite de l'hypothèse des petites transformations. Des décharges élastiques sont effectuées tous les 0,2 % de déformation. Les images sont capturées aux extrêmes de charge et de décharge élastique. La vitesse de déformation moyenne pendant l'essai est environ égale à $6 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$.

Pour cet essai de validité, le grossissement et l'ouverture choisis avec l'objectif Laowa sont respectivement X4 et f/5.6. La taille d'un pixel est égale à environ $1,2 \mu\text{m}$, le champ de vision mesure $9.5 \times 7.2 \text{ mm}^2$, la profondeur de champ est de l'ordre de $120 \mu\text{m}$ et la distance de travail est égale approximativement à 45 mm. Un aperçu de l'image vue par le dispositif optique, qui

est l'image de référence de la CIN au cours de l'essai, est fourni dans la figure 2.4. Le champ de déformation équivalente de von Mises mesuré après l'essai et décharge élastique finale est superposé à l'image précédente dans la ROI.



2.2.1 Champs cinématiques mesurés après translations de corps rigide dans le plan et hors-plan

En application de la sous-section 2.1.1, des images de la surface de l'éprouvette avant et après translation de corps rigide ont été réalisées avant l'essai afin d'estimer l'incertitude de mesure. Cette incertitude dépend bien évidemment des paramètres de CIN utilisés, en particulier la taille d'un élément (en pixels, entre 4x4 et 32x32 usuellement) et la taille de fenêtre du filtre médian (en éléments, entre 3 et 7 usuellement). Les résultats obtenus sont comparés aux valeurs calculées à partir de la méthode homogène de *radics*. On rappellera que cette dernière, qui fait office d'extensomètre optique, s'affranchit des erreurs liées à la correspondance locale mais reste sensible aux erreurs systématiques de la chaîne de mesure.

Translation rigide dans le plan du capteur : $(U,V)=(-38,-23)$ pixels

Les champs de déplacement laissent apparaître une erreur systématique (non dépendante des paramètres de corrélation utilisés) provenant des distorsions optiques du dispositif. L'identification du terme de distorsions radiales au premier ordre se fait par résolution d'un système linéaire d'équations. Les champs de déplacement mesurés, y compris ceux correspondant aux images pendant l'essai de traction, peuvent alors être corrigés en soustrayant le terme de distorsion,

	HOMOGENE	4x4	8x8	16x16	32x32
U (pixels)	-38.06	-38.06 ± 0.08	-38.06 ± 0.07	-38.06 ± 0.05	-38.06 ± 0.03
V (pixels)	-23.29	-23.29 ± 0.05	-23.29 ± 0.05	-23.29 ± 0.04	-23.29 ± 0.02
E_x (μ def)	56	54 ± 179	45 ± 94	28 ± 59	-6 ± 42
E_y (μ def)	58	57 ± 132	52 ± 60	40 ± 30	18 ± 21
E_{xy} (μ def)	6	5 ± 95	2 ± 42	-5 ± 18	-17 ± 14
E_{vm} (μ def)	39	148 ± 116	79 ± 52	46 ± 29	39 ± 19

TABLEAU 2.1 – Valeur moyenne et écart-type des champs cinématiques mesurés après mouvement de translation rigide dans le plan en fonction de la taille d'élément (en pixels). Le filtre médian utilisé est de taille 5.

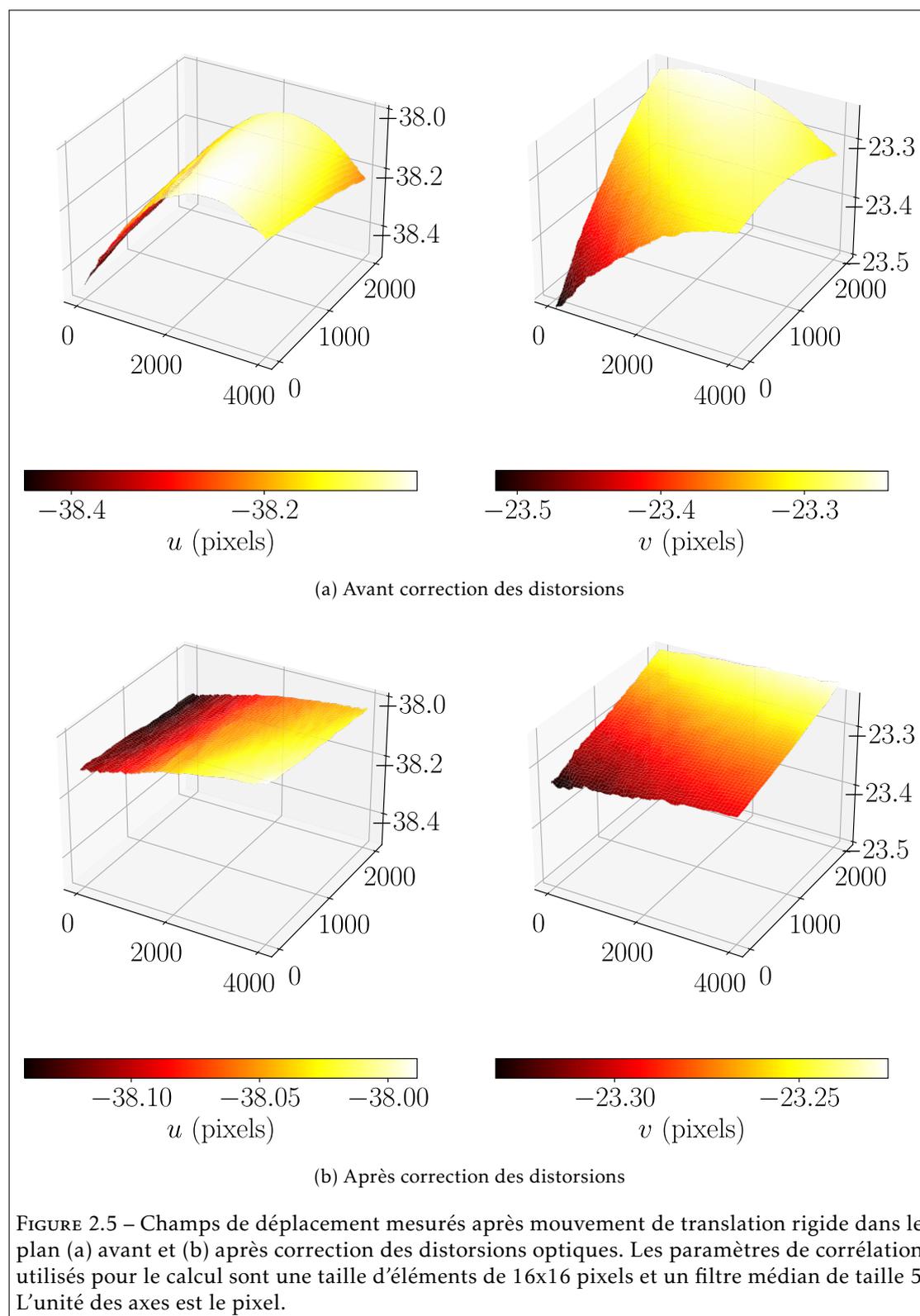
évalué ici égal à $k_1 = 1,14 \times 10^{-7}$ en suivant la procédure de résolution du système proposée par [Pan+13]. Le résultat est visualisable sur la figure 2.5. Après correction, on remarque que les champs de déplacement ne sont toujours pas parfaitement homogènes et présentent une variation linéaire résiduelle. Cette variation témoigne d'une imperfection de parallélisme entre la surface de l'éprouvette et le capteur de la caméra.

Les valeurs moyennes et les écarts-types des champs de déplacement et de déformation corrigés sont présentés dans le tableau 2.1. Les valeurs de déplacement sont fidèles et présentent un écart-type inférieur à 0,5 % de la valeur moyenne, peu importe la taille d'élément. En revanche, la valeur moyenne de la déformation équivalente de von Mises, qui inclut toutes les composantes de déformation, n'est pas nécessairement proche de la valeur homogène, puisque les erreurs dues à une mauvaise correspondance locale sont additionnées. C'est en particulier le cas lorsque la taille d'élément est petite. Cela illustre le compromis inhérent de la CIN : lorsque la taille d'élément diminue (i.e. augmentation de la résolution spatiale), l'incertitude de mesure augmente (i.e. diminution de la précision du calcul de la déformation). De manière analogue la diminution de la taille du filtre médian entraîne une diminution de la précision (seules les valeurs calculées avec un filtre de taille 5 sont affichées dans ce paragraphe pour davantage de lisibilité).

Translation rigide perpendiculairement au plan du capteur : $Z \approx 60 \mu\text{m}$

Les résultats rapportés dans ce paragraphe sont ceux conséquents à une translation hors-plan d'environ $60 \mu\text{m}$, soit la moitié de la profondeur de champ. Les valeurs moyennes et les écarts-types des champs de déformation (corrigés) sont présentés dans le tableau 2.2. On constate immédiatement que le dispositif est particulièrement sensible aux déplacements hors-plan. En effet la déformation hydrostatique mesurée avec la méthode homogène atteint presque 0,1 %. Cette erreur systématique n'est quant à elle pas corrigeable puisque le déplacement hors-plan n'est pas mesuré pendant l'essai. Ces résultats ont été reproduits pour des translations hors-plan allant de $20 \mu\text{m}$ à $100 \mu\text{m}$. L'évolution des déformations axiale et transverse engendrées par ces mouvements hors-plan est linéaire et égale à environ $\frac{\delta z}{Z}$, où δz est l'amplitude du déplacement et Z la distance entre la surface de l'éprouvette et l'objectif, comme renseigné dans la littérature [Sut+08b]. Ainsi cette sensibilité n'est pas surprenante puisque l'objectif n'est pas télécentrique et que sa distance de travail est faible.

En parallèle, l'écart-type des composantes de la déformation mesurée après translation hors-plan augmente brutalement lorsque la taille d'éléments diminue. En particulier l'utilisation



	HOMOGENE	4x4	8x8	16x16	32x32
E_x (μdef)	-940	-930 ± 1798	-932 ± 709	-932 ± 344	-926 ± 107
E_y (μdef)	-940	-932 ± 1771	-935 ± 668	-936 ± 342	-925 ± 102
E_{xy} (μdef)	-5	-4 ± 1180	-4 ± 432	-4 ± 200	-4 ± 32
E_{vm} (μdef)	627	1868 ± 1224	934 ± 419	714 ± 185	624 ± 50

TABLEAU 2.2 – Valeur moyenne et écart-type des champs cinématiques mesurés après mouvement de translation rigide hors-plan d'environ 60 μm en fonction de la taille d'élément (en pixels). Le filtre médian utilisé est de taille 5.

d'éléments de taille 4x4 pixels conduit à un écart-type sur les déformations axiale et transverse environ 3 fois supérieur à une grille 8x8 et 18 fois supérieur à une grille 32x32. Cette erreur est de type aléatoire et résulte d'une correspondance locale insuffisante lorsque la taille d'élément est trop petite par rapport à la texture du mouchetis. À nouveau, la déformation équivalente de von Mises apparaît comme une métrique pertinente pour estimer cette erreur puisque à la fois sa valeur moyenne et son écart-type diminuent lorsque la taille d'élément augmente, convergeant vers la valeur homogène avec une grille 32x32. Ces résultats ont été obtenus avec un filtre médian de taille 5 mais les analyses restent parfaitement valables avec un filtre médian de taille 3 et 7, les valeurs statistiques étant simplement déplacées.

2.2.2 Résultats de corrélation et champs cinématiques locaux pendant l'essai

La courbe macroscopique de contrainte-déformation de l'essai est présentée figure 2.6. Les valeurs de déformation sont calculées avec la méthode homogène de `YADICS` pour chaque image capturée aux extrêmes de charge et de décharge élastique. La courbe de traction présente un comportement élastique linéaire puis une transition élastique-plastique à partir de $\Sigma \approx 250$ MPa. La limite d'élasticité conventionnelle $Rp_{0,2}$ est identifiée par interpolation de la déformation plastique⁴, et est égale à 305 MPa. L'éprouvette s'écrouit ensuite jusqu'à environ $\Sigma \approx 600$ MPa. Le coefficient d'écrouissage n de la loi de puissance $\Sigma_{vraie} = K E_{x,vraie}^n$ (K constante) est identifié égal à 0,21 par régression linéaire de la pente de la courbe logarithme de la contrainte vraie – logarithme de la déformation vraie (dans le régime plastique). L'essai est arrêté après le 38^{ème} cycle, qui est constitué d'un chargement jusqu'à $\Sigma = 592$ MPa (déformation totale mesurée $E_{x,H} = 0,0923$ m/m) et d'une dernière décharge élastique (déformation totale mesurée $E_{x,H} = 0,0888$ m/m). À noter que les données du 14^{ème} chargement sont manquantes car l'image n'a pas été sauvegardée sur le disque dur pendant l'essai.

On remarque que le module de Young E évalué à partir des 3 points de mesure du chargement élastique (≈ 240 GPa) est surestimé par rapport à la valeur de référence pour les aciers, notée E^r (référence) dans ce paragraphe, égale à 210 GPa. De même le coefficient de Poisson élastique mesuré ν , égal à 0.5, est supérieur au coefficient de Poisson référence ν^r de 0.3. Cette différence peut être expliquée par l'erreur systématique de la mesure de déformation par la chaîne optique en cas de mouvement hors-plan, erreur mise en évidence précédemment et qui affecte également la mesure par méthode homogène.

4. La déformation plastique est calculée en soustrayant la déformation élastique Σ/E à la déformation totale, où E est le module de Young mesuré.

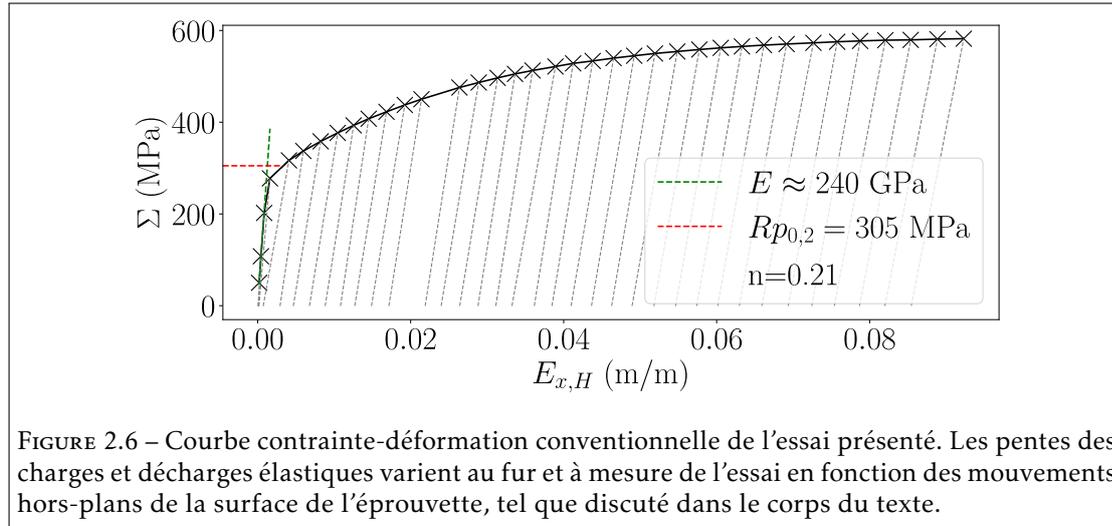


FIGURE 2.6 – Courbe contrainte-déformation conventionnelle de l’essai présenté. Les pentes des charges et décharges élastiques varient au fur et à mesure de l’essai en fonction des mouvements hors-plans de la surface de l’éprouvette, tel que discuté dans le corps du texte.

Pour s’en convaincre, on note $E_{x,H}$ la déformation axiale mesurée et $E_{x,H}^r$ la déformation axiale réelle. Dans l’hypothèse où le déplacement hors-plan est la seule erreur systématique de mesure, on peut écrire :

$$E_{x,H} = E_{x,H}^r + K(t)$$

et similairement :

$$E_{y,H} = E_{y,H}^v + K(t)$$

où $K(t) \approx \frac{\delta z}{z}$ est l’erreur hydrostatique moyenne induite par les mouvements hors-plan au cours de l’essai. Qualitativement, un rapide calcul montre que le module de Young mesuré E est supérieur au module de Young de référence E^r lorsque $K < 0$, i.e. la surface de l’éprouvette s’éloigne du capteur de la caméra pendant le chargement. Le même raisonnement s’applique au coefficient de Poisson mesuré ν et au coefficient de Poisson de référence ν^r . Quantitativement, puisque $\Sigma = E_{x,H} \times E$ et $\Sigma = E_{x,H}^r \times E^r$, il est possible de substituer $E_{x,H}^r$ par $\frac{E}{E^r} \times E_{x,H}$ et d’exprimer l’erreur K en fonction des modules de Young mesuré et référence, et de la déformation axiale mesurée, sous comportement purement élastique :

$$K = \frac{E^r - E}{E^r} \times E_{x,H}$$

Similairement, l’erreur K est exprimée en fonction des coefficients de Poisson mesuré et référence, et de la déformation axiale mesurée (toujours sous comportement purement élastique) :

$$K = \frac{\nu^r - \nu}{1 + \nu^r} \times E_{x,H}$$

En conséquence, si l’erreur de mesure provient uniquement du déplacement hors-plan, alors $\frac{E^r - E}{E^r} = \frac{\nu^r - \nu}{1 + \nu^r}$. C’est effectivement le cas pour cet essai ($\frac{E^r - E}{E^r} = -0,14$ et $\frac{\nu^r - \nu}{1 + \nu^r} = -0,15$). Même si l’implication réciproque n’a pas été démontrée, cette analyse suggère que l’erreur de mesure faite sur les modules élastiques provient en grande partie des mouvements hors-plan en surface de l’éprouvette pendant l’essai. Un point de vigilance doit donc être porté à l’erreur systématique induite par les mouvements hors-plan lors du chargement, dont l’origine peut être un défaut d’alignement de l’éprouvette avec l’axe de sollicitation du module et/ou un désalignement du

module lui-même. Toutefois cette erreur, a priori homogène sur la ROI, ne devrait pas perturber l'identification des localisations plastiques de déformation. De plus, la déformation équivalente de von Mises, souvent utilisée dans ce travail, est moins sensible à la déformation hydrostatique, et exprime davantage la partie déviatorique du tenseur de déformation. Ainsi, comme illustré dans le tableau 2.2, pour une taille d'élément de 32x32 pixels, l'erreur de von Mises moyenne après translation hors-plan de 60 μm est d'environ 600 μdef contre 900 μdef pour les erreurs moyennes axiale et transverse.

Résidus de corrélation

Les champs de résidus de corrélation r au cours de l'essai, calculés avec l'équation 2.2 mais non montrés ici, indiquent la bonne convergence sur toute la ROI de l'algorithme de CIN peu importe la taille d'élément utilisée. L'évolution de la valeur moyenne et de l'écart-type des résidus de corrélation est présentée figure 2.7 pour différentes tailles d'élément. Une augmentation « quasi »-linéaire de ces derniers est observée peu importe les paramètres de corrélation. Cette augmentation s'explique naturellement par la transformation mécanique en train de se produire ainsi que par les mouvements hors-plan globaux et locaux qui perturbent la correspondance. De plus les résidus de corrélation sont plus élevés lorsque la taille d'élément augmente. Cela traduit la difficulté à rendre compte de la cinématique locale lorsque les éléments sont trop grands. Il est en particulier intéressant de noter que l'écart-type des résidus calculés avec des éléments de 32x32 pixels devient rapidement plus élevé que pour des éléments plus petits. Cela suggère une perte de résolution spatiale par rapport aux autres paramètres de corrélation.

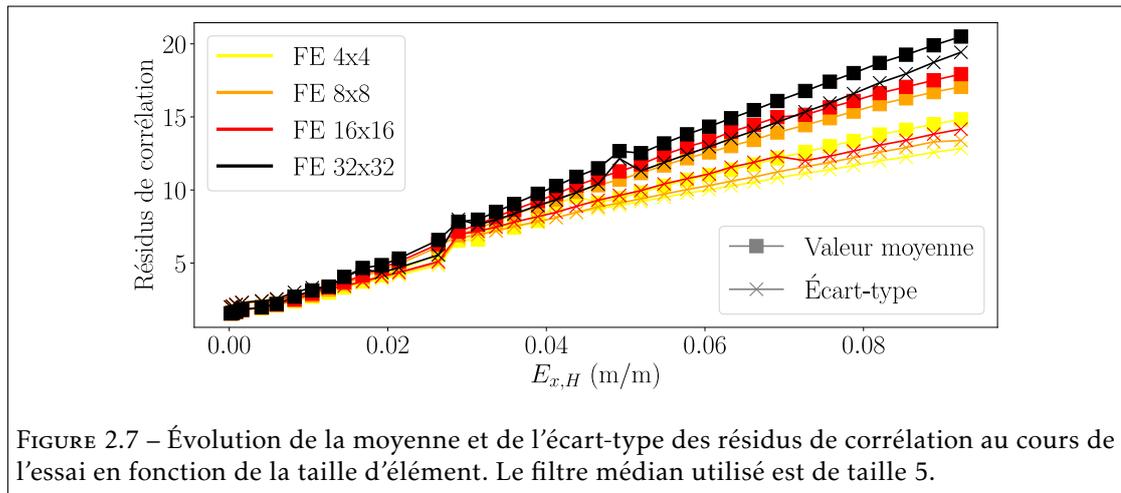


FIGURE 2.7 – Évolution de la moyenne et de l'écart-type des résidus de corrélation au cours de l'essai en fonction de la taille d'élément. Le filtre médian utilisé est de taille 5.

Évolution des composantes de déformation pendant l'essai

Les composantes axiales, transverses et tangentielles du tenseur de déformation ainsi que la déformation équivalente de von Mises ont été calculées localement au cours de l'essai pour différentes tailles d'élément. Les valeurs moyennes correspondantes sont comparées aux valeurs homogènes, considérés comme de référence car non sujettes aux erreurs liées à la correspondance locale. La figure 2.8 représente les différences relatives des valeurs moyennes des composantes de déformation mentionnées précédemment, en fonction de la taille d'élément. Il apparaît

immédiatement que l'erreur relative sur E_x et E_y est inférieure à 1 %, peu importe les paramètres de corrélation. À l'inverse, l'erreur relative sur la déformation de von Mises diminue lorsque la taille d'élément augmente. Pour des éléments de taille 4x4 pixels, cette erreur varie aléatoirement entre 25 et 50 %. Toutefois elle est stable et égale à environ 6 %, 3 % et moins de 1 % pour des éléments 8x8, 16x16 et 32x32 pixels respectivement. Ce contraste s'explique par l'erreur aléatoire induite par une mauvaise correspondance locale, qui est centrée autour de 0 pour les déformations axiales et transverses mais qui s'additionne pour la déformation de von Mises. Ainsi, cette dernière semble fournir une évaluation rapide de la qualité de la solution mesurée comme c'était déjà le cas des calculs après translations de corps rigide. À noter globalement des erreurs relatives plus importantes dans le domaine élastique lorsque l'erreur aléatoire de corrélation n'est pas négligeable devant la déformation imposée. Pour finir, on remarque que l'erreur relative sur la mesure de la déformation tangentielle moyenne est élevée.

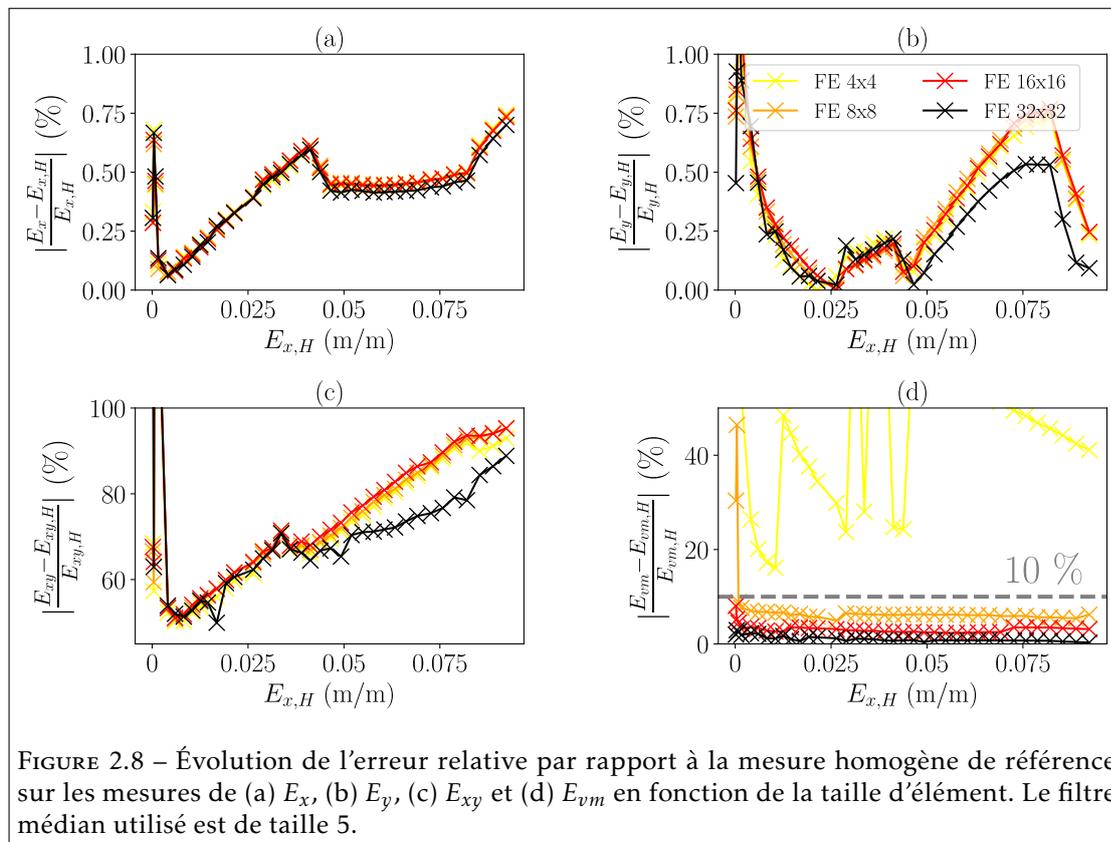


FIGURE 2.8 – Évolution de l'erreur relative par rapport à la mesure homogène de référence sur les mesures de (a) E_x , (b) E_y , (c) E_{xy} et (d) E_{vm} en fonction de la taille d'élément. Le filtre médian utilisé est de taille 5.

Champs de déformation après le dernier chargement

Une inspection plus détaillée du dernier chargement ($\Sigma = 592\text{MPa}$) est réalisée. En effet il s'agit de l'instant où la transformation mécanique est la plus grande pendant l'essai et donc où les erreurs de mesure sont susceptibles d'être les plus importantes. Les valeurs moyennes et écarts-types des champs de déformation mesurés par cin sont rapportées dans le tableau 2.3. Concernant les composantes de la déformation, les valeurs moyennes sont proches des

valeurs homogènes peu importe la taille d'élément, en accord avec les résultats précédents, et les écarts-types diminuent lorsque la régularisation augmente. Concernant la déformation équivalente de von Mises, à la fois la valeur moyenne et l'écart-type diminuent lorsque la taille d'élément augmente. On retrouve notamment des résultats particulièrement bruités avec des éléments de 4x4 pixels. En parallèle, une modification de la taille du filtre médian (non présentée ici) déplace à nouveau les valeurs calculées mais ne change pas les analyses.

	HOMOGENE	4x4	8x8	16x16	32x32
E_x (%)	9.23	9.16 ± 8.18	9.16 ± 5.94	9.16 ± 4.09	9.16 ± 2.26
E_y (%)	-4.49	-4.50 ± 7.09	-4.50 ± 3.63	-4.50 ± 2.44	-4.49 ± 1.37
E_{xy} (%)	0.06	0.01 ± 4.29	0.01 ± 2.43	0.01 ± 1.63	0.01 ± 0.84
E_{vm} (%)	8.07	9.99 ± 6.53	8.58 ± 4.77	8.30 ± 3.33	8.16 ± 1.76

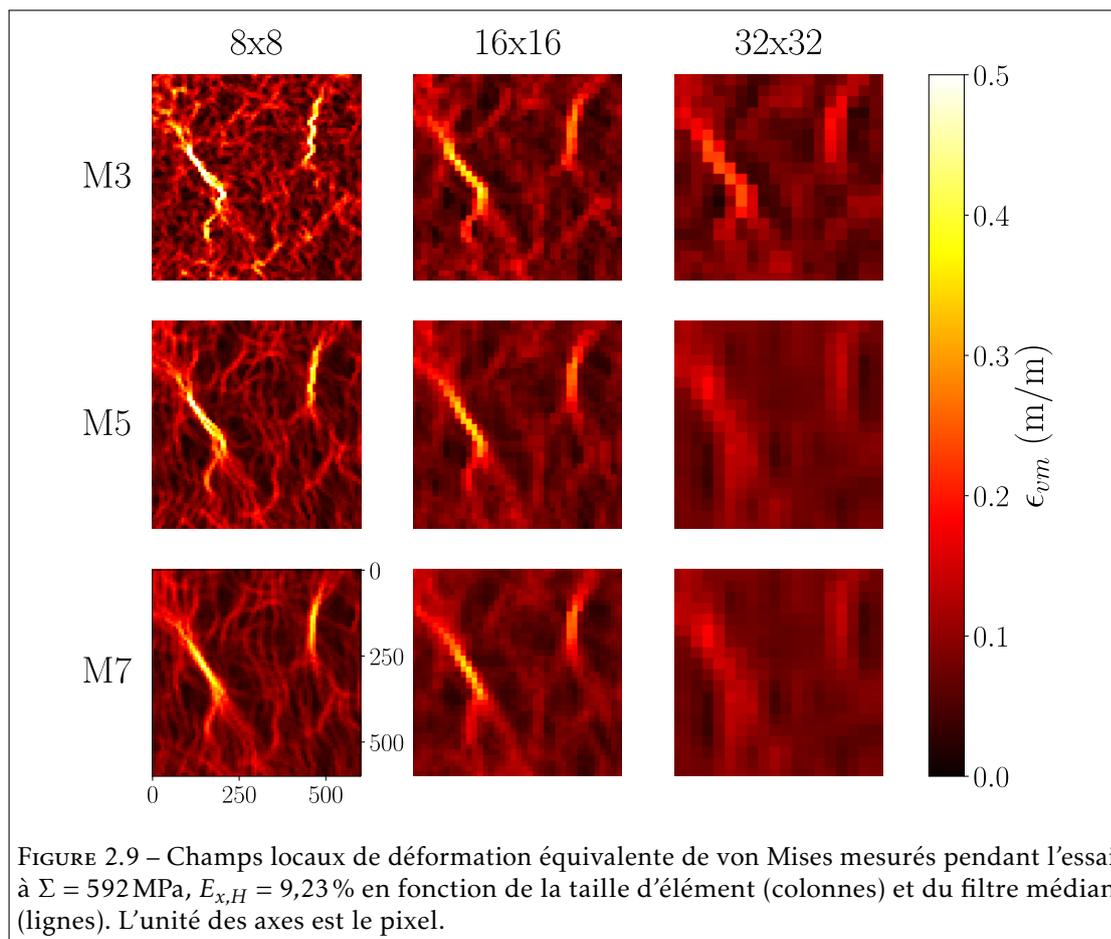
TABLEAU 2.3 – Valeur moyenne et écart-type des champs cinématiques mesurés pendant l'essai à $\Sigma = 592$ MPa en fonction de la taille d'élément (en pixels). Le filtre médian utilisé est de taille 5.

Les champs locaux de la déformation équivalente de von Mises à cet instant de l'essai ont été calculés pour différentes tailles d'élément et de filtre médian. Une région représentative de la roi est illustrée dans la figure 2.9. Dans cette région de 600x600 pixels, deux localisations de déformation sont observées. Les résultats obtenus avec des éléments de taille 4x4 pixels ne sont pas montrés car l'erreur significative associée, identifiée précédemment, exclut son utilisation. De plus, le champ avec des éléments de 8x8 pixels et un filtre médian minimal apparaît déjà particulièrement bruité et contient des niveaux élevés de déformation. L'augmentation de la taille d'éléments et du filtre médian entraîne évidemment un lissage spatial des localisations et une diminution du bruit de mesure. Ainsi, les résultats affichés avec des éléments de 32x32 pixels ont tendance à « gommer » les localisations, en particulier avec un filtre médian supérieur ou égal à 5. À l'inverse le champ résultant du calcul 8x8 avec un filtre médian de taille 7 conserve les localisations mais exhibe une structure de déformation suspecte a priori non physique. Un bon compromis entre préservation de la déformation locale et minimisation du bruit de mesure semble être atteint avec des éléments de taille 16x16 pixels et un filtre médian de taille 5.

Pour finir, il est souligné que les valeurs de déformation mesurées dépendent des paramètres de corrélation. En effet, dans les aciers ferroviaires, la déformation en surface prend la forme de bandes de glissement, qui induisent une discontinuité (très) locale dans le champ de déplacement (c'est notamment illustré plus loin sur la figure 2.14). En conséquence, lorsque la déformation n'est pas résolue à l'échelle de ces discontinuités, utiliser une plus petite taille d'élément résulte en une valeur de déformation mesurée plus élevée (indépendamment des erreurs liées à une mauvaise correspondance locale), et inversement.

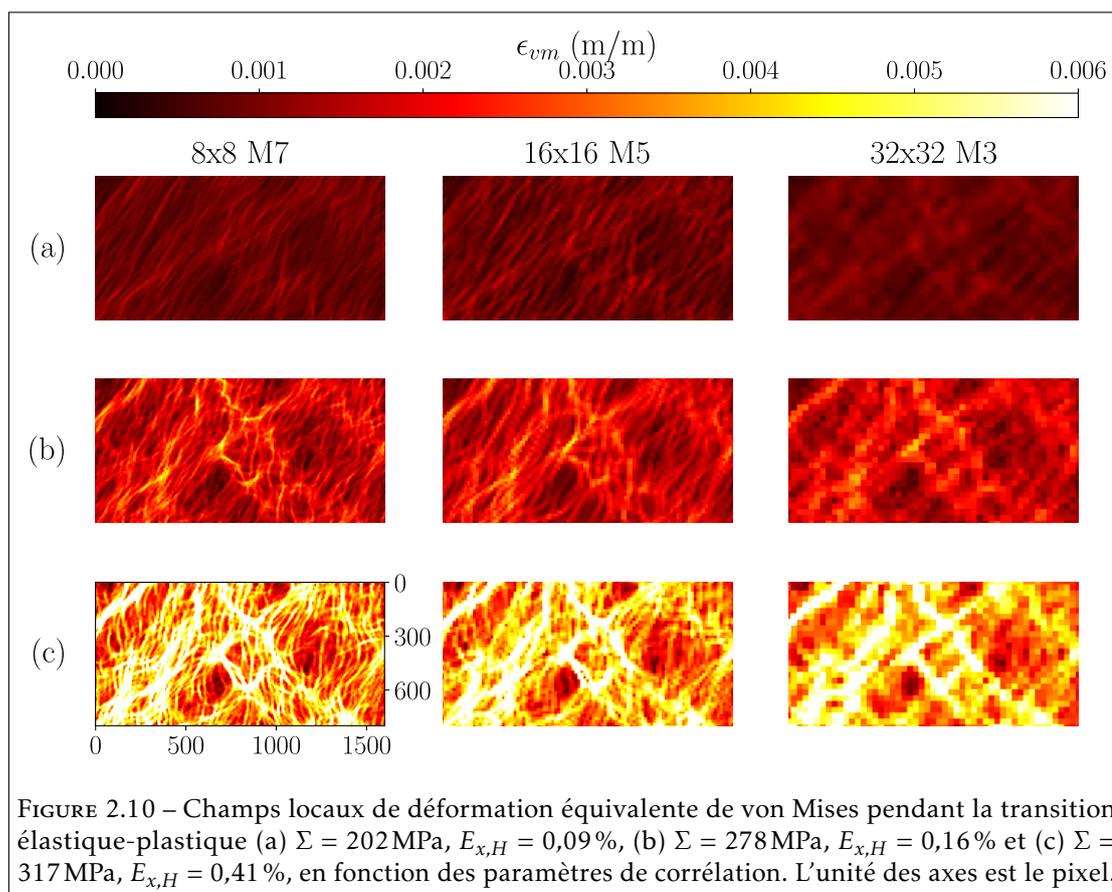
Champs de déformation pendant la transition élastique-plastique

Il convient de vérifier dans un second temps si la méthode capture effectivement les localisations plastiques dès leur déclenchement, lorsque l'intensité de l'erreur systématique n'est pas encore négligeable devant le niveau de déformation. La figure 2.10 recense l'évolution de la déformation équivalente de von Mises pendant la transition élastique-plastique sur une autre région représentative. Les résultats ont été obtenus avec des éléments de taille 8x8, 16x16 et 32x32 pixels, couplés respectivement à un filtre médian de taille 7, 5 et 3. Ces combinaisons de paramètres de corrélation ont été retenues car jugées acceptables au regard du compromis



résolution spatiale – précision de mesure. Trois instants de mesure sont isolés : entre 0,09 % et 0,41 % de déformation axiale macroscopique, une structure de déformation apparaît et donne naissance à des localisations plastiques, dont l’intensité mesurée est jusqu’à trois fois supérieure à la valeur moyenne, et qui accumulent la déformation lorsque le chargement augmente. Les champs après la transition élastique-plastique, non montrés ici, conservent en très grande proportion l’arrangement spatial qui s’est formé, et ce jusqu’à la fin de l’essai.

Les champs de déformation calculés avec une taille d’élément de 8x8 pixels semblent former un réseau quadrillé, à cause du filtre médian élevé. Ce réseau oscille légèrement entre chaque image, la faute à un rapport signal sur bruit plus faible que dans les autres cas. Ainsi, l’augmentation du filtre médian compense seulement en partie la diminution de la taille d’élément. À l’inverse, les résultats obtenus avec des éléments de 32x32 pixels affichent une continuité temporelle appréciable. Cependant, comme mis en évidence précédemment, les localisations plastiques ont tendance à être fusionnées lorsqu’elles sont proches. En conséquence, les résultats obtenus avec des éléments de 16x16 pixels et un filtre médian de taille 5 sont les plus satisfaisants par rapport à la double problématique précision de mesure - résolution spatiale.



Les résultats de cette sous-section (résidus de corrélation, comparaison des valeurs moyennes des champs de déformation calculés avec les valeurs homogènes, étude des champs locaux de déformation pendant la transition élastique-plastique et en fin d'essai) désignent le couple de paramètres de corrélation {éléments de 16×16 pixels, filtre médian de taille 5} comme le plus satisfaisant par rapport à la double problématique précision de mesure – résolution spatiale. Afin de valider ce choix, il convient de comparer les champs de déformation calculés avec des observations optiques et électroniques : c'est un des objectifs de la sous-section suivante.

2.2.3 Superposition des champs cinématiques sur la microstructure : comparaison et segmentation

Mesurer les champs cinématiques à l'échelle de la microstructure est d'autant plus pertinent lorsque l'information de la microstructure sous-jacente est connue. Dans ce but, des micrographies optiques (microscope Nikon Eclipse MA200) et électroniques (MEB Hitachi S-3600N) ont été réalisées avant l'application du mouchetis, et a fortiori avant l'essai. Préalablement, la surface de l'éprouvette est pré-polie avec du papier abrasif SiC puis polie miroir à l'aide de particules diamantées de granulométrie décroissante allant jusqu'à $0,25 \mu\text{m}$. La microstructure est révélée par attaque chimique d'une solution de Nital 2 % pendant dix à vingt secondes. En pratique, le polissage est facilité en enrobant l'éprouvette avec une résine soluble à l'acétone ce

qui permet notamment de libérer l'éprouvette sans endommager la surface polie. À noter que quatre indentations Vickers de charge 2 kgf délimitent la roi et agissent en tant que marqueurs fiduciels.

Cartographie optique de la région d'intérêt

La microstructure de la roi a été cartographiée en champ clair avant essai à grossissement total X50 (1 pixel $\approx 0,68 \mu\text{m}$). Les micrographies sont assemblées avec un chevauchement de 20 % afin d'obtenir une grande image résultante. La cartographie est alors repositionnée dans le référentiel de la cin grâce à quatre points de correspondance permettant de définir une transformation perspective. En pratique, cette transformation est réalisée à l'aide de la bibliothèque Python OpenCV. À l'aide d'une image de la microstructure acquise avec le dispositif optique de la cin avant le dépôt du mouchetis, il est possible de s'assurer du bon repositionnement local de la cartographie, tel que présenté sur la figure 2.11. Un écart de quelques pixels au maximum est remarqué localement. Cet écart est susceptible de provenir des distorsions optiques du microscope optique qui ont été négligées.

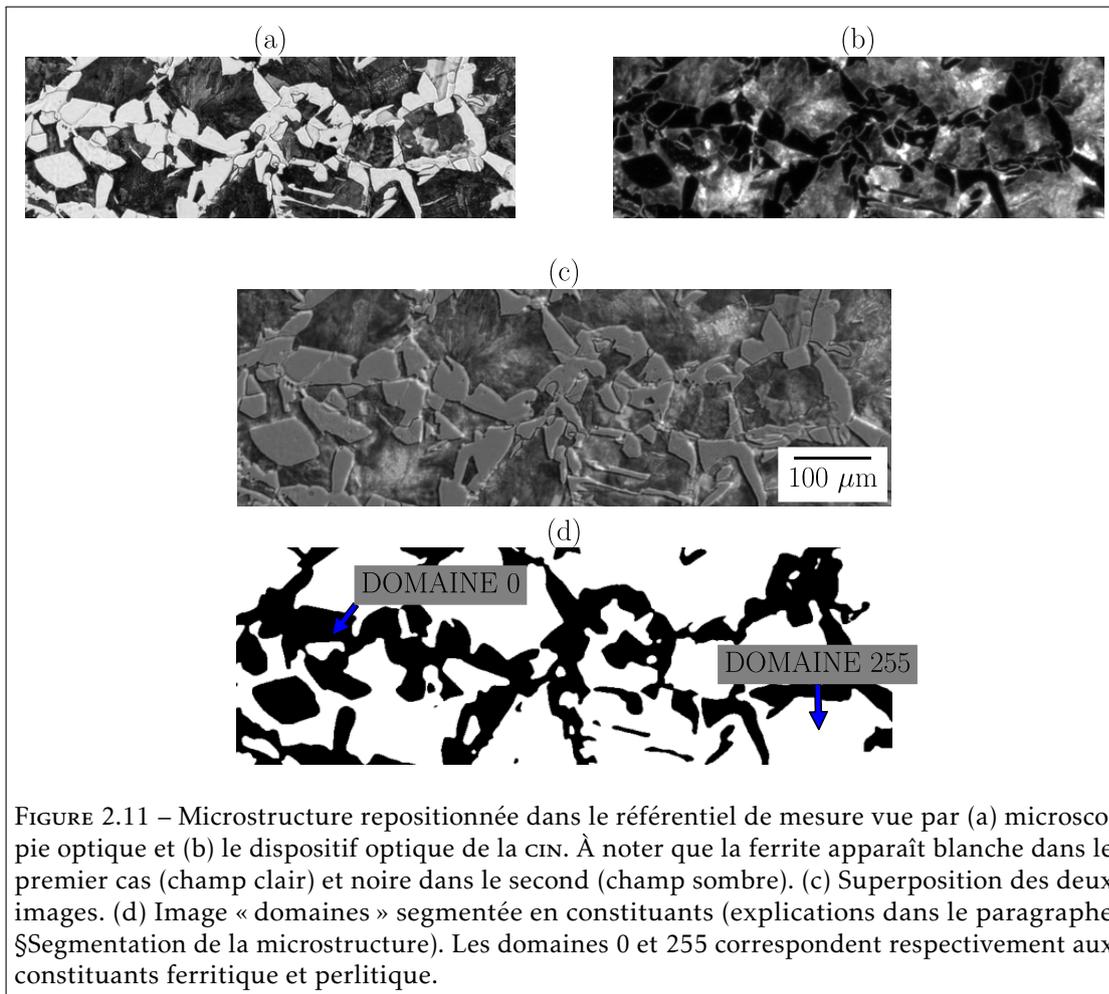
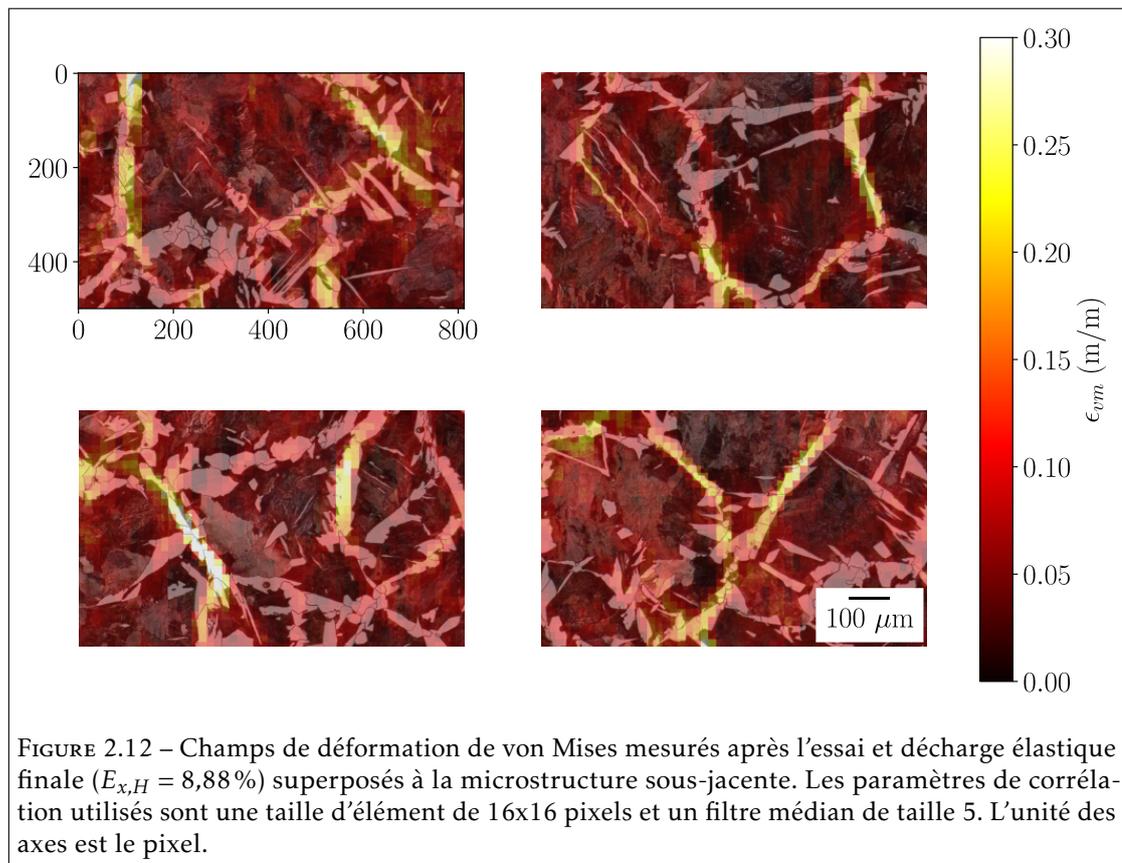


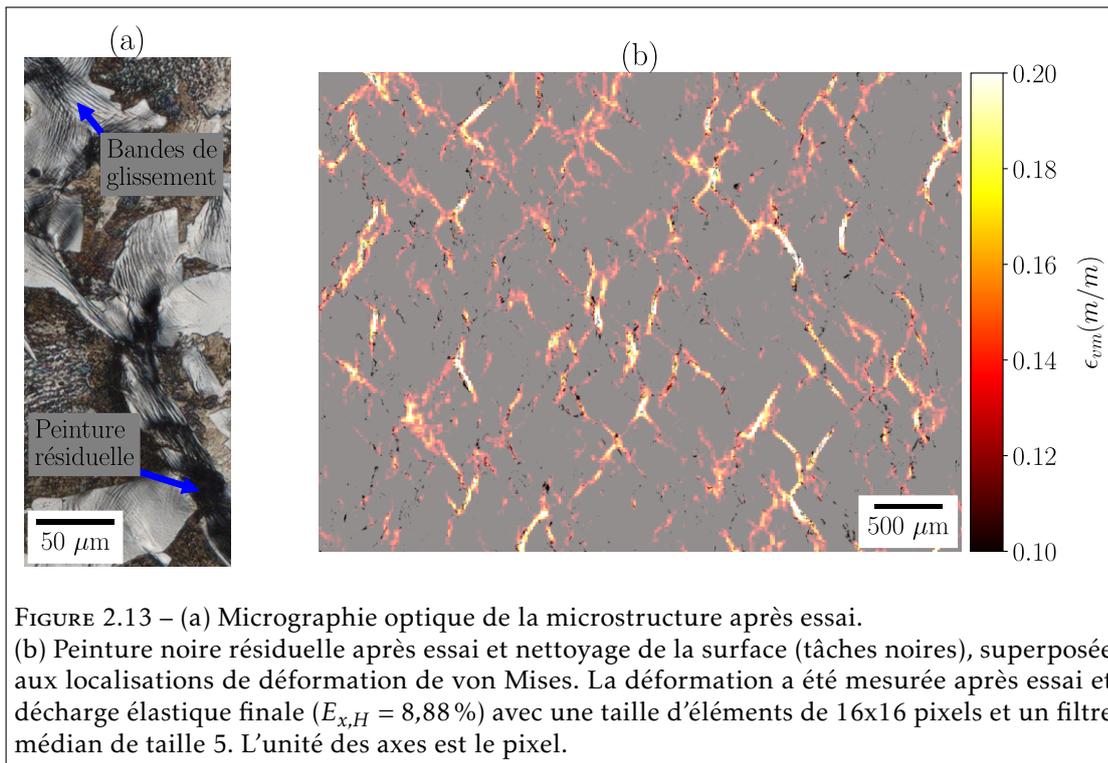
FIGURE 2.11 – Microstructure repositionnée dans le référentiel de mesure vue par (a) microscopie optique et (b) le dispositif optique de la cin. À noter que la ferrite apparaît blanche dans le premier cas (champ clair) et noire dans le second (champ sombre). (c) Superposition des deux images. (d) Image « domaines » segmentée en constituants (explications dans le paragraphe §Segmentation de la microstructure). Les domaines 0 et 255 correspondent respectivement aux constituants ferritique et perlitique.

Les champs de déformation mesurés par *CIN* peuvent être superposés à la microstructure sous-jacente repositionnée puisqu'ils partagent le même référentiel, celui de l'image de référence de la chaîne de mesure. La figure 2.12 illustre cette superposition avec des champs cinématiques calculés après essai et décharge élastique finale ($E_{x,H} = 8,88\%$) avec une taille d'élément de 16×16 pixels et un filtre médian de taille 5. Les localisations plastiques sont principalement juxtaposés au constituant ferritique (en blanc) et semblent même suivre les chemins de ferrite pro-eutectoïde. Ces observations sont rassurantes dans la mesure où il est attendu que le constituant ferritique, davantage ductile que la perlite, localise la plasticité [Pau+19]. Elles appuient ainsi le choix du couple de paramètres de corrélation choisis. En parallèle, elles valident également le repositionnement de la microstructure dans le référentiel de mesure.



Caractérisation de la surface déformée

Après l'essai, la surface de l'éprouvette a été frottée délicatement avec du savon liquide puis plongée dans un bain à ultrasons afin d'éliminer le mouchetis. La microstructure de la *ROI* a été à nouveau cartographiée par microscopie optique, au même grossissement et suivant le même procédé d'assemblage. L'objectif est de comparer les localisations de déformation mesurées avec les observations microscopiques. La micrographie révèle des bandes de glissement, principalement dans la ferrite pro-eutectoïde (figure 2.13(a)). Il est toutefois délicat de lier le contraste et la densité des bandes de glissement aux déformations mesurées car l'image optique



est polluée par de la peinture noire résiduelle du mouchetis. En réalité, il semblerait que la peinture résiduelle corresponde aux régions les plus déformées pendant l'essai. Pour s'en convaincre, les traces de peinture restantes ont été isolées numériquement à l'aide des étapes suivantes :

- Repositionnement de la cartographie optique de la microstructure déformée dans le référentiel de l'image acquise après essai et décharge élastique finale, selon la méthodologie présentée précédemment.
- Transformation inverse vers le référentiel de l'image de référence de la chaîne de mesure à l'aide des champs de déplacements mesurés par CIN. Cette transformation est également réalisée par l'intermédiaire de la bibliothèque Python OpenCV.
- Seuillage de la peinture noire résiduelle

Elles sont ensuite superposées aux localisations de la déformation mesurée. Le résultat est visualisable figure 2.13(b). Une bonne correspondance est remarquée entre le motif dessiné par la peinture résiduelle isolée et celui des localisations plastiques. Une explication possible est que les régions ayant subi une déformation significative au cours de l'essai s'accompagnent d'une rugosité locale plus élevée qui piège la peinture. Cette rugosité est la conséquence du glissement cristallin dans les trois directions de l'espace. Cette interprétation est confirmée par des mesures topographiques locales de type Interférométrie à Balayage Vertical, ou « Vertical Scanning Interferometry » en anglais (vsi) réalisées avec un profilomètre optique Veeco Wyko NT110 avec un objectif X10. Ces mesures montrent des variations locales de hauteur pouvant atteindre quelques micromètres à l'endroit des traces de peinture résiduelle. Plus précisément, la figure 2.14(d) suggère que la peinture résiduelle est logée dans des creux plutôt que sur des crêtes, ce qui expliquerait la difficulté de l'atteindre et de la dissoudre à ces endroits.

Comparaison avec micrographies électroniques

Les images acquises par microscopie électronique permettent de comparer plus facilement les mesures de déformation à la microstructure déformée grâce à leur meilleure résolution. De surcroît la peinture résiduelle apparaît davantage localisée et gêne moins la visualisation. Les localisations de déformation affichées sur la figure 2.12 correspondent à des zones de glissement multiple et intense (non montrées ici). En outre plusieurs régions ont été imagées au MEB avant et après l'essai. Une d'entre elles concentre quelques localisations de déformation et est visualisable sur la figure 2.14. Le grossissement original des micrographies électroniques correspondantes est X300. La plasticité, observée à travers des bandes de glissement et des variations locales de hauteur, affiche une bonne correspondance avec les localisations de déformation mesurées par CIN. Néanmoins, un premier constat, déjà évoqué précédemment, est que les déformations mesurées ne captent pas les discontinuités cinématiques dues au glissement. a fortiori, la déformation mesurée (avec des éléments de taille 16x16 pixels et un filtre médian de taille 5) a tendance à déborder légèrement de part et d'autre des grains localisant la déformation, ce qui exclut définitivement l'utilisation d'éléments de taille supérieure. Puisque l'utilisation d'éléments de taille plus petite s'accompagne nécessairement de l'augmentation de la taille du filtre médian, ce qui a tendance à structurer le bruit de mesure comme observé précédemment, le choix du couple de paramètres de corrélation [éléments de 16x16 pixels, filtre médian de taille 5] est validé comme le plus satisfaisant par rapport à la double problématique précision de mesure – résolution spatiale.

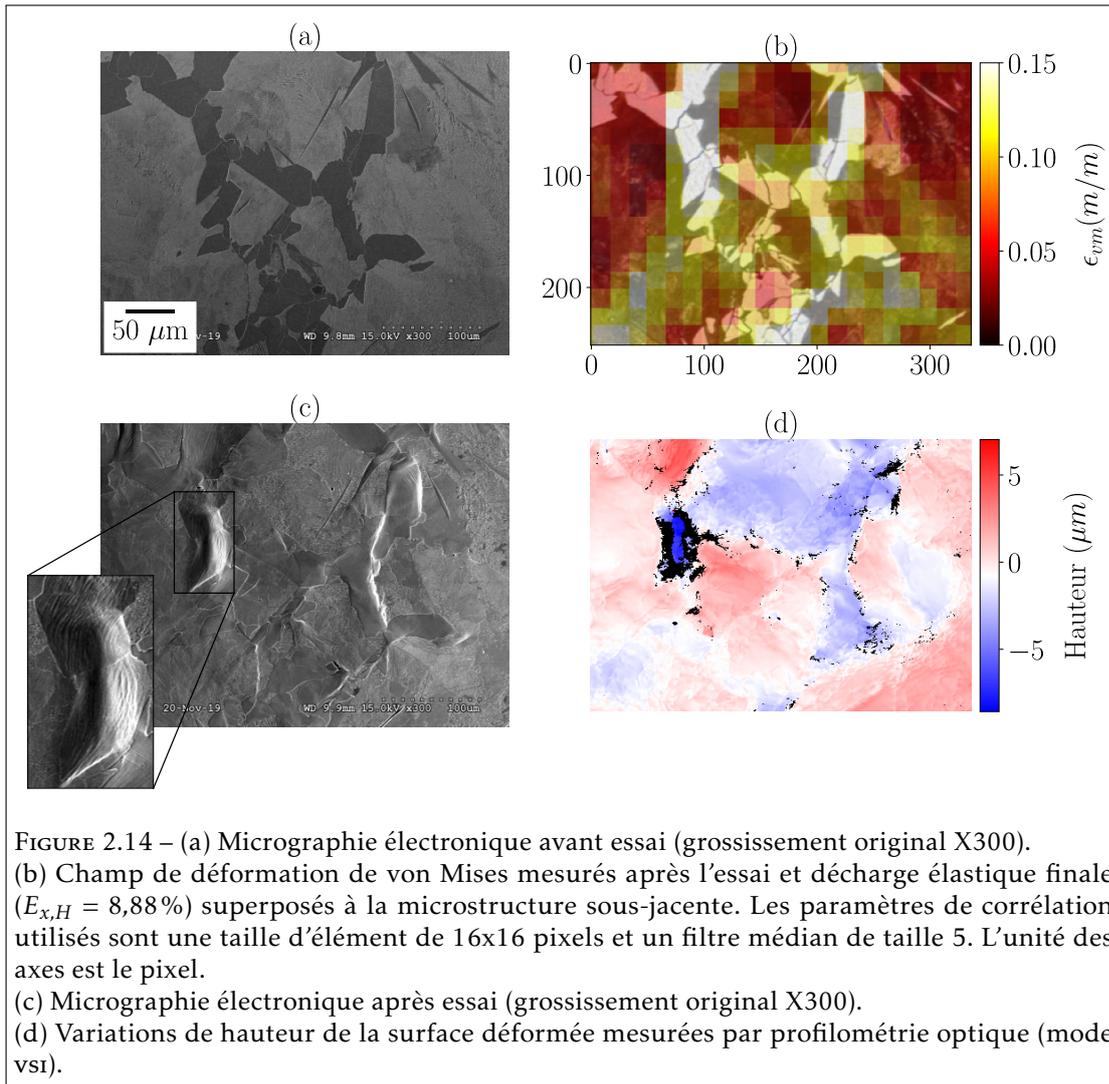
Segmentation de la microstructure à l'échelle des constituants

Afin d'analyser les hétérogénéités de déformation au regard de la microstructure, il faut savoir segmenter cette dernière, i.e. découper la microstructure de la ROI en sous-ensembles. Une première segmentation évidente de la microstructure, la plus grossière, est la division en constituants « ferrite pro-eutectoïde » et « perlite ». Le point de départ est la cartographie optique de la ROI qui a les avantages d'être obtenue en un temps restreint, d'être facilement repositionnable dans le référentiel de mesure et de produire un bon contraste entre les deux constituants de la microstructure. Les opérations sur la cartographie repositionnée sont très simplement :

- Un filtre médian pour régulariser l'image.
- Un seuillage global pour différencier la ferrite pro-eutectoïde de la perlite eutectoïde.

En pratique certains nodules de perlite vus par la caméra couleur prennent des teintes de beige en champ clair⁵ et peuvent compliquer l'opération de seuillage. Dans ce cas, une troisième et dernière étape de nettoyage manuelle est requise. Le résultat est visualisable sur la figure 2.11e. L'image « domaines » obtenue est une image binaire dont les pixels de valeur 0 et 255 correspondent respectivement aux constituants ferritique et perlitique. Cette image s'inscrit dans le référentiel de mesure et permet de masquer les champs de déformations mesurés afin de calculer, par exemple, la déformation moyenne par constituant. Pour l'essai exemple présenté dans cette section, de telles statistiques confirment que la déformation moyenne dans la ferrite pro-eutectoïde est plus élevée que dans la perlite. Elles ne sont pas détaillées dans ce chapitre, mais dans le chapitre 5, section 5.2.

5. Il s'agit des nodules pour lesquels une direction de type $\langle 100 \rangle$ est parallèle à la direction normale à la surface de l'éprouvette. En effet, ces derniers sont plus résistants à l'attaque chimique [Uly+13]; ils présentent donc une rugosité locale plus faible après l'attaque Nital, et réfléchissent davantage de rayons lumineux.



Segmentation de la microstructure à l’échelle des grains

Une seconde segmentation désirée est la segmentation à l’échelle des grains, dans le but d’affiner les analyses des hétérogénéités de déformation des microstructures. Une tentative de segmentation de la cartographie optique repositionnée a été réalisée à l’aide du module MorphoLibJ du logiciel ImageJ [LAA16]. Cette segmentation de type morphologique a cependant les inconvénients majeurs de nécessiter beaucoup de post-traitements pour obtenir un résultat correct sur une cartographie aussi grande et également de ne pas savoir segmenter la perlite, constituant difficilement discernable depuis une image optique. Le résultat n’est pas montré dans ce manuscrit.

La solution adoptée provient de la puissante technique EBSD [Hum01]. Comme indiqué dans le chapitre 1, les mesures ont été réalisées au sein du laboratoire LAMIH avec un MEB JEOL 7100F. Cette solution a été rendue possible après la réalisation de l’essai présenté dans cette

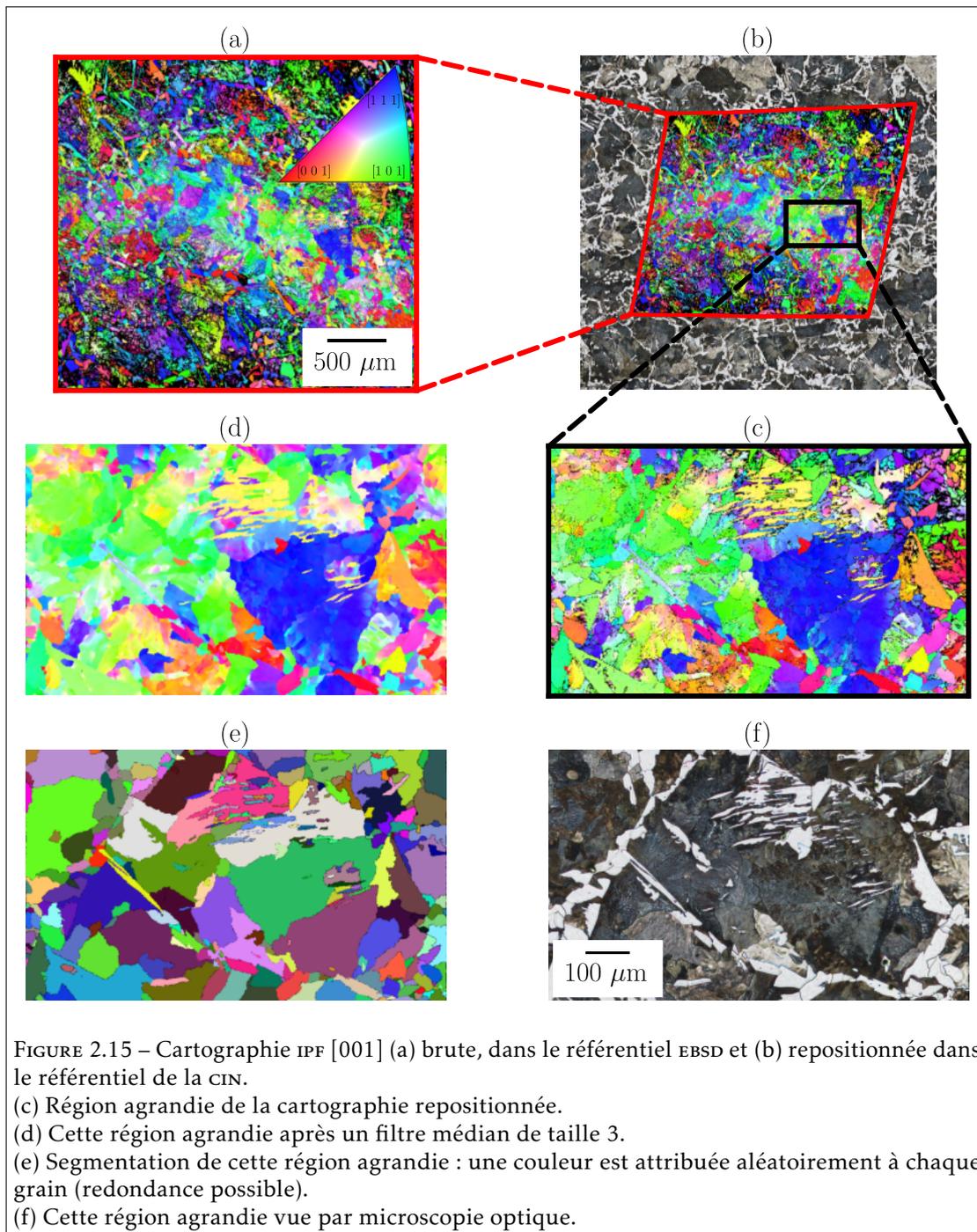
section, aussi un nouvel essai incorporant au préalable la cartographie EBSD de la microstructure en surface a été réalisé. Le protocole d'essai décrit précédemment est alors légèrement modifié :

- Après polissage miroir de la surface de l'éprouvette, une étape de finition à l'aide de suspensions colloïdales de taille $0,25\ \mu\text{m}$ est requise pour gommer l'écroûissage résiduel en proche surface. La surface n'est pas attaquée chimiquement afin de ne pas créer de relief lors de la cartographie EBSD.
- Le dispositif utilisé ne permettant pas un assemblage automatique d'images à fort grossissement, il s'agit de réaliser une seule cartographie faiblement grossie de la microstructure. Toutefois, cartographier une région dont la surface excède plusieurs millimètres carrés est particulièrement exigeant. En conséquence, la surface cartographiée avec EBSD est limitée à une partie seulement de la cartographie optique.

À noter que les constituants ferritique et perlitique, tous deux indexés à partir de la phase α -Fe, ne sont pas différenciables à partir de la mesure par EBSD. Il est alors courant d'utiliser des critères tels que la qualité du diagramme de Kikuchi (indice de confiance) ou la qualité de l'indexation (écart angulaire moyen), qui peuvent varier en fonction du constituant. Malheureusement, ces critères sont avant tout affectés par le polissage et la planéité, dont l'homogénéité est imparfaite sur une surface de plusieurs millimètres carrés, et ils n'ont pas pu être utilisés dans ce travail pour différencier la ferrite pro-eutectoïde de la perlite. En conséquence, dans le cas des essais avec cartographie EBSD, la microstructure est révélée par attaque chimique *après* la mesure EBSD puis cartographiée au microscope optique et enfin transformée en image « domaines » tel que décrit précédemment.

La segmentation à l'échelle des grains est réalisée depuis l'orientation cristallographique de la microstructure, à savoir le triplet d'angles d'Euler (ϕ_1, Φ, ϕ_2) qui décrit les rotations successives pour passer du référentiel global de l'éprouvette au référentiel local du cristal. Les données brutes de mesure doivent être repositionnées dans le référentiel de la cIN , nettoyées et enfin segmentées. Ces étapes sont illustrées sur la figure 2.15 et décrites ci-après :

- Le repositionnement des angles d'Euler dans le référentiel de la chaîne de mesure n'est pas bon avec une simple transformation perspective comme celle présentée dans le cas de la cartographie optique. En effet les images électroniques à faible grossissement s'accompagnent d'importantes distorsions optiques qui doivent être corrigées [Win+21]. La méthode de correction choisie provient de la communauté du traitement de l'image : la transformation depuis le référentiel EBSD vers celui de la cIN est identifiée par « Thin Plate Splines » [Boo89]. La technique a été implémentée en Python par l'un des développeurs de la librairie scikit-image (www.gist.github.com/zpincus). En pratique il s'agit de trouver entre 50 et 100 points de correspondance entre les deux référentiels, afin de s'assurer d'un bon alignement sur l'ensemble de la cartographie EBSD (écart local maximum de quelques pixels). Les jonctions triples ou autres caractéristiques reconnaissables de la microstructure servent de repère.
- Le nettoyage et la segmentation des angles d'Euler repositionnés dans le référentiel de la chaîne de mesure sont effectués à l'aide du module MTEX développé dans le langage de programmation MATLAB [BHS11]. La segmentation considère les grains comme des cellules de Voronoï et dépend de la valeur de désorientation θ_s à partir de laquelle deux cristaux sont considérés comme des grains différents. Le nettoyage est réalisé avec un filtre médian de taille 3. Afin de préserver les orientations locales aux frontières, le filtre médian considère uniquement les pixels appartenant à un même grain selon les résultats de la segmentation préalable. Certains points peuvent rester non indexés après cette opération si ils sont entourés de points non indexés. En détails, une première segmentation est effectuée. Les grains de trop petite taille (typiquement, qui contiennent moins de 64



pixels) sont retirés, et la segmentation est actualisée. Le nettoyage de la cartographie est ensuite réalisé et la segmentation finale est effectuée.

L'image obtenue est une image 32-bits dont les pixels prennent pour valeur le numéro du grain dans lequel ils sont contenus. Similairement à l'image « domaines », cette image s'inscrit dans le référentiel de mesure. Chaque « grain » segmenté est attribué à un constituant (ferritique ou perlitique) en fonction de la valeur de ses pixels dans l'image « domaines ». Cette segmentation permet de masquer les champs de déformations mesurés à l'échelle des grains. Ce n'est bien évidemment pas le seul avantage de la technique EBSD : la connaissance de l'orientation cristallographique locale est une information essentielle pour analyser les champs cinématiques mesurés au regard de la microstructure.

Bilan de la section

La chaîne de mesure proposée est examinée à travers un essai de traction monotone jusqu'à 10 % de déformation appliquée sur une éprouvette en acier à microstructure ferrito-perlitique. Des images de la surface subissant des translations de corps rigide ont été acquises avant l'essai. Les résultats révèlent que le dispositif est particulièrement sensible aux mouvements hors-plan mais que l'erreur de correspondance locale est faible dès lors que la taille des éléments utilisés pour le calcul est suffisamment grande. L'erreur de mesure de la déformation de von Mises moyenne au cours de l'essai (définie relativement par rapport à la mesure homogène qui fait office d'extensométrie optique) est d'environ 6 %, 3 % et moins de 1 % pour des éléments de taille 8x8, 16x16 et 32x32 pixels respectivement (taille du filtre médian égale à 5). L'analyse de l'évolution temporelle des champs de déformation pendant la transition élastique-plastique invite toutefois à rester prudent sur l'utilisation d'éléments trop petits. Les localisations de déformation mesurées pendant l'essai sont superposées à la microstructure repositionnée dans le référentiel de mesure et comparées aux observations optique et électronique de la surface déformée. Une bonne correspondance est constatée avec des éléments de taille 16x16 pixels et un filtre médian de taille 5, qui apparaît comme un choix algorithmique judicieux au regard du compromis résolution spatiale – précision de mesure. Toutefois, il convient de noter que la résolution spatiale de mesure n'est pas assez fine pour capter les discontinuités de déplacement, liées au glissement. Pour finir, la microstructure a été segmentée à l'échelle des constituants et des grains afin de pouvoir analyser les hétérogénéités de déformation au regard de cette dernière dans la suite de ce travail. Les différentes segmentations ont également été repositionnées dans le référentiel de mesure ; leur alignement respectif est garanti à quelques pixels près.

Étude des hétérogénéités et des localisations de déformation en traction monotone dans le constituant ferritique

Ce chapitre s'intéresse exclusivement au constituant ferritique des microstructures ferrito-perlitiques. Ce dernier, plus simple et ductile, constitue un point de départ idéal. Dans un premier temps, une revue de la littérature sur les mécanismes de plasticité et les hétérogénéités de déformation dans la ferrite pro-eutectoïde est présentée. Dans un second temps, le constituant ferritique est étudié à travers un essai de traction monotone sur une éprouvette de fer pur recristallisé élaborée dans la thèse de Baudoin [Bau15]. L'échelle quasi-millimétrique de la microstructure correspondante permet de mettre en place facilement la stratégie et les méthodes d'analyse utilisées dans ce travail. À noter que l'ensemble des travaux présentés dans ce chapitre a été publié dans un article international à comité de lecture [Ber+22]

3.1 Mécanismes de plasticité et hétérogénéités de déformation dans le constituant ferritique : état de l'art

À température ambiante et en conditions quasi-statiques, la ferrite de structure cc se déforme principalement¹ par glissement, i.e. mouvement des dislocations dans des plans cristallographiques [CC51]. Dans les structures cc, le glissement est plus complexe que dans les structures cfc. La raison principale est que la plasticité y est gouvernée par le mouvement des dislocations vis, dont la mobilité est faible en raison de la résistance de friction élevée qui leur est opposée, et qui ne sont pas confinées au sein d'un plan donné [Chr83]. Ainsi, les dislocations ont tendance à se déplacer d'un plan à un autre par glissement dévié, ce qui laisse des marques non rectilignes en surface [BHS+19]. De plus, des exemples de « glissement anormal » ont été rapportés [Hsi10],

1. Il est également possible d'observer du maillage [Nez+16], en fonction de la teneur en éléments d'alliage, bien que ce mécanisme soit plutôt associé aux faibles températures et/ou aux vitesses de sollicitation élevées [CM95].

c'est-à-dire des situations qui ne respectent pas la loi de Schmid², ou encore de glissement « non-cristallographique » [Dou+19] (les marques de glissement suivent en moyenne le plan qui présente la contrainte de cisaillement résolue maximale, qui n'est pas nécessairement cristallographique). Néanmoins, il est acquis que le glissement dans les structures cc se produit suivant les directions denses $\langle 111 \rangle$, et les dislocations sont susceptibles de se déplacer suivant des plans qui incluent cette direction, tels que les plans cristallographiques $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$ [WBB13].

En ce qui concerne plus précisément la ferrite, des études récentes sur des monocristaux ferritiques à température ambiante et en conditions quasi-statiques ont été réalisées à l'aide d'essais in-situ sous MEB [Du+18; Fra+15]. Les conclusions indiquent que le glissement se produit quasi-exclusivement, et de manière partagée, sur les 12 systèmes $\{110\}\langle 111 \rangle$ et les 12 systèmes $\{112\}\langle 111 \rangle$, comme illustré sur la figure 3.1. De plus, aucune activité n'est observée suivant les plans $\{123\}$, et ces mêmes études ne mentionnent pas de glissement non-cristallographique ni de glissement anormal. En revanche, il semblerait que le glissement suivant les plans $\{112\}$ puisse en réalité être composé d'une multitude de glissement suivant des plans $\{110\}$ élémentaires à une échelle plus petite, même si la trace de glissement apparente se rapporte bien à celle d'un plan $\{112\}$ [Cai10; Fra+15].

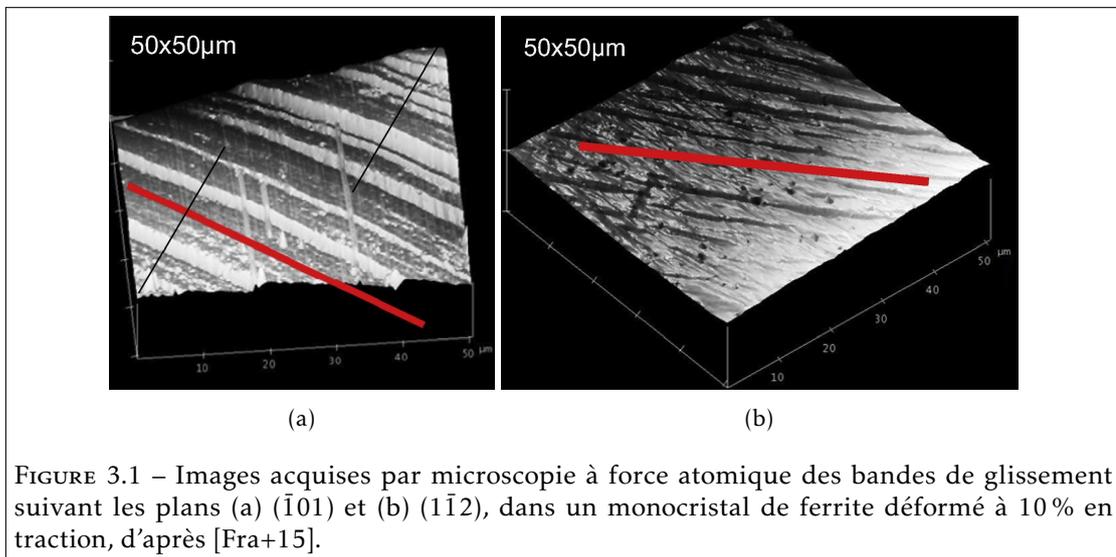


FIGURE 3.1 – Images acquises par microscopie à force atomique des bandes de glissement suivant les plans (a) $(\bar{1}01)$ et (b) $(1\bar{1}2)$, dans un monocristal de ferrite déformé à 10 % en traction, d'après [Fra+15].

Ces 24 systèmes de glissement permettent d'accommoder la déformation suivant un grand nombre de directions. Néanmoins, il est bien connu que la déformation d'un agrégat polycristallin s'accompagne d'importantes hétérogénéités mécaniques à l'échelle de sa microstructure [BFC01; Raa+01], même si le matériau est monophasé, et que la sollicitation est uniaxiale et monotone. Ces hétérogénéités résultent de l'anisotropie élastique et plastique des grains [MTK08; ODW04]. Plusieurs études ont été consacrées à ces hétérogénéités dans la ferrite polycristalline, entre grains [CN03; dMW05; HV05; Tom+03; Muk+20] et à l'intérieur d'un grain [dMW05; HV05; Odd+15; Win+17], comme montré par exemple dans la figure 3.2. Ces hétérogénéités de

2. La loi de Schmid stipule qu'un système de glissement est activé lorsque la contrainte de cisaillement résolue agissant sur ce système dépasse une valeur critique, dite cission critique. Cette contrainte est fonction d'un facteur géométrique, le facteur de Schmid, qui dépend des angles entre, d'une part, la direction de sollicitation et la normale au plan de glissement, et d'autre part, la direction de sollicitation et la direction de glissement. En conséquence, le système activé est celui qui possède le facteur de Schmid le plus élevé. Plus de détails sont donnés dans l'annexe C.

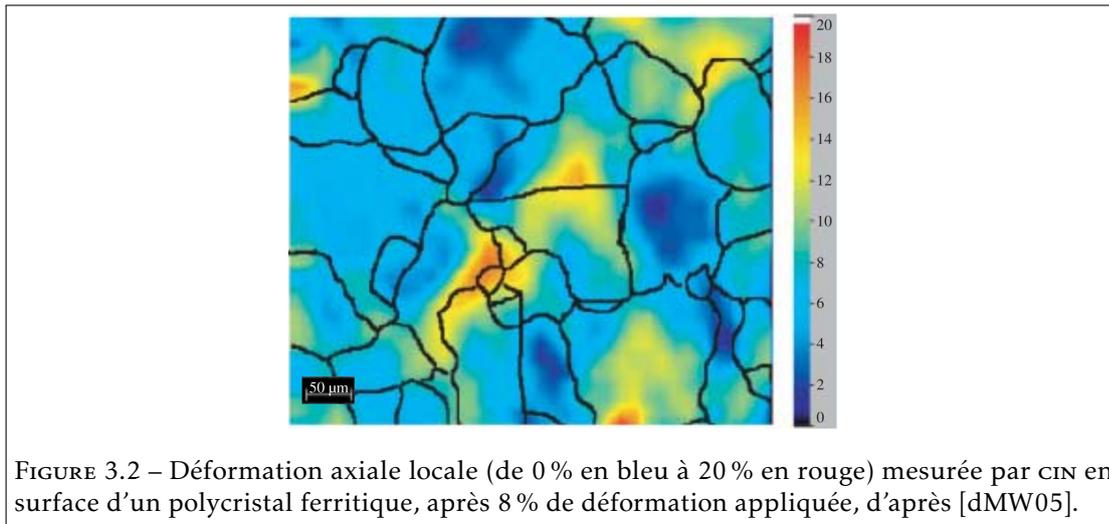


FIGURE 3.2 – Déformation axiale locale (de 0 % en bleu à 20 % en rouge) mesurée par CIN en surface d'un polycristal ferritique, après 8 % de déformation appliquée, d'après [dMW05].

déformation apparaissent dès la transition élastique-plastique [Qiu+20]. Elles s'accompagnent de rotations cristallographiques locales [Odd+15; Win+17; WSN16], permettant d'accommoder en partie les incompatibilités de déformation entre grains.

Tomota et al. ont discrétisé trois domaines macroscopiques pendant la déformation monotone en traction sous diffraction des neutrons [Tom+03] : le domaine élastique, pendant lequel la déformation est sensiblement homogène, puis la plastification des grains les uns après les autres, en fonction de leur orientation, et enfin la déformation plastique de l'agrégat, caractérisée par une augmentation de la densité de dislocations. Similairement, Hama et al. indiquent que la distribution des hétérogénéités de déformation est déterminée au tout début de la déformation plastique, et ne change pas par la suite [Ham+21]. Ces hétérogénéités forment une structure plastique à une échelle supérieure à celle des grains [ER04; Tan+19]. Toutefois, elles résultent en d'importantes localisations de la déformation, majoritairement observées près des joints de grains et des joints triples [dMW05; Ham+21; HV05; Win+17]. Une explication, apportée par la simulation d'un agrégat ferritique sous compression monotone [ER04], est que des concentrations de contrainte se forment localement au niveau des joints, induisant l'activation de plusieurs systèmes de glissement. La mesure de l'état de contrainte locale sous sollicitation en volume, à l'aide d'un faisceau de rayons X à haute énergie, a confirmé la prédominance des localisations de contraintes aux joints [Hay+19].

Plusieurs études ont été réalisées afin de comprendre et de prédire les localisations de déformation dans un polycristal monophasé. En particulier, le rôle de l'orientation cristallographique initiale d'un grain donné est sujet à discussions. Allain-Bonasso et al. ont cherché une éventuelle corrélation entre la désorientation cristallographique locale, mesurée par EBSD, et différents paramètres granulaires (taille, facteur de Schmid maximum), après traction monotone d'un polycristal ferritique [All+12]. Ils ont conclu qu'aucun paramètre ne décrit de manière satisfaisante le développement des hétérogénéités de désorientation locale, et donc que ces hétérogénéités sont gouvernées principalement par les interactions avec les grains voisins. Cette interprétation est partagée par Marteau et al., qui ont mesuré la déformation locale sous traction monotone par CIN [MHB13]. Toutefois, seul un nombre limité de grains a été considéré dans cette dernière étude.

À l'inverse, Oddershede et al., qui ont étudié le comportement sous traction de grains dans le

volume par diffraction 3D des rayons X, affirment que l'orientation initiale du grain détermine les systèmes de glissement les plus actifs [Odd+15]. En particulier, l'étude se concentre sur trois grains ayant une orientation initiale proche ; les systèmes avec les deux facteurs de Schmid les plus élevés sont responsables de 70 % de l'activité de glissement dans ces grains. Toutefois, les 30 % restant, déterminés par les interactions avec les grains voisins, conduisent à des rotations cristallographiques différentes. En conséquence, les auteurs reconnaissent également l'influence de l'environnement des grains sur les systèmes activés. Dans ce sens, Hayashi et al. ont récemment montré que l'état de contrainte locale dans un polycristal ferritique monophasé, sollicité en traction uniaxiale, est fortement triaxial [Hay+19]. Pour Winther et al., les interactions entre grains s'opèrent également à longue distance puisqu'ils ont observé, par diffraction 3D des rayons X, différentes rotations cristallographiques pour deux grains d'orientation, de taille, de forme et d'environnement similaire [Win+17].

Cette bibliographie peut être étendue aux polycristaux monophasés de structure cc, sollicités en traction monotone uniaxiale. Dans un polycristal d'alliage de titane β , les grains orientés [100] (par rapport à la direction de traction) ont montré une plus grande prédisposition aux rotations cristallographiques locales, contrairement aux grains [110] [KBB21]. Ceci a été expliqué sur la base du nombre de systèmes de glissement fortement sollicités, c'est-à-dire en lien avec les facteurs de Schmid initiaux. Dans un échantillon de tantale polycristallin, aucune influence de la taille du grain n'a été enregistrée mais une corrélation « modeste » a été trouvée entre le facteur de Schmid maximum initial et la déformation plastique moyenne du grain [Car+13]. La corrélation est légèrement améliorée en regroupant les grains voisins orientés de manière similaire, et est significativement plus élevée dans un échantillon oligocristallin, avec des grains colonnaires dans l'épaisseur. Il est conclu, grâce à des simulations numériques couplées [Lim+14], que les effets de voisinage des grains environnants doivent être pris en compte.

Toutefois, il n'est pas aisé de caractériser l'influence de l'environnement des grains, d'autant plus lorsque la microstructure sous-jacente n'est pas connue, comme c'est le cas des mesures de surface telle que la c_{11} . Récemment, des techniques in-situ de caractérisation des hétérogénéités mécaniques (élastiques) dans le volume ont émergé, telle que la microscopie par diffraction des rayons-X à haute énergie [Ber+20]. Cette technique permet d'accéder à une information statistiquement riche, à l'échelle des grains, en surface et dans le volume, même si elle ne permet pas une discrétisation temporelle fine de la transition élastique-plastique. Ainsi, plusieurs expériences ont été consacrées à la mesure des hétérogénéités dans le volume d'un échantillon d'alliage de titane β polycristallin, sous traction uniaxiale [Bha+21 ; BPA21 ; Efs+10]. Ces expériences, couplées à des simulations numériques de la microstructure caractérisée, ont mis en évidence, d'une part, l'importance de l'anisotropie élastique des grains sur les distributions de déformation et de contrainte locales, même au-delà de la limite d'élasticité, et d'autre part, une rotation significative des tenseurs de contraintes locaux pendant la transition élastique-plastique, due notamment aux grains environnants. Dans la ferrite, des expériences de diffraction des neutrons ont également mis en avant la redistribution hétérogène des contraintes locales induites par la déformation de grains orientés différemment [MTK08 ; ODW04].

En résumé, il est acquis que la déformation d'un polycristal monophasé, même sous sollicitation uniaxiale monotone, s'accompagne d'hétérogénéités mécaniques et de désorientations cristallographiques locales importantes. Plusieurs échelles (spatiales) caractéristiques sont mentionnées (structure supérieure à l'échelle des grains, localisations plastiques près des joints de grains). Temporellement, ces hétérogénéités semblent apparaître dès la transition élastique plastique. Il est bien compris que l'anisotropie élastique et plastique des grains provoque des interactions locales entre eux, qui résultent en ces hétérogénéités et localisations. Cependant, des résultats contradictoires sont présentés concernant

l'existence éventuelle de corrélations entre la déformation plastique et la taille ou l'orientation initiale des grains. De telles corrélations sont assurément fonction du matériau et de la structure (CC, CFC, hexagonale compacte) considérés, et des mécanismes de déformation correspondants (quels systèmes de glissements activés?).

Un essai de traction monotone, instrumenté avec mesure de champs cinématiques par CIN, a été réalisé sur une éprouvette de fer pur afin d'étudier en détails les hétérogénéités et les localisations de déformation dans la ferrite monophasée. Les résultats sont détaillés dans la section suivante. L'essai a été interrompu après 2 % de déformation macroscopique afin de pouvoir caractériser finement la surface déformée. En conséquence, un point non abordé ici est le lien entre les localisations de déformation et l'endommagement du matériau, qui n'est pas trivial [Bie+09; Noe+17]. On se contentera de citer Mukherjee et al., qui ont suivi in-situ sous MEB la déformation et la rupture d'éprouvettes à microstructure ferritique [Muk+20]. Si les auteurs indiquent que la rupture finale est précédée de la formation de cavités, caractéristiques de fortes déformations plastiques, à la fois à l'intérieur des grains et près des joints, ils ont également observé de la fissuration au niveau des joints de grains qui ne montraient pourtant pas de glissement intense.

3.2 Essai instrumenté sur une éprouvette de fer pur recristallisé

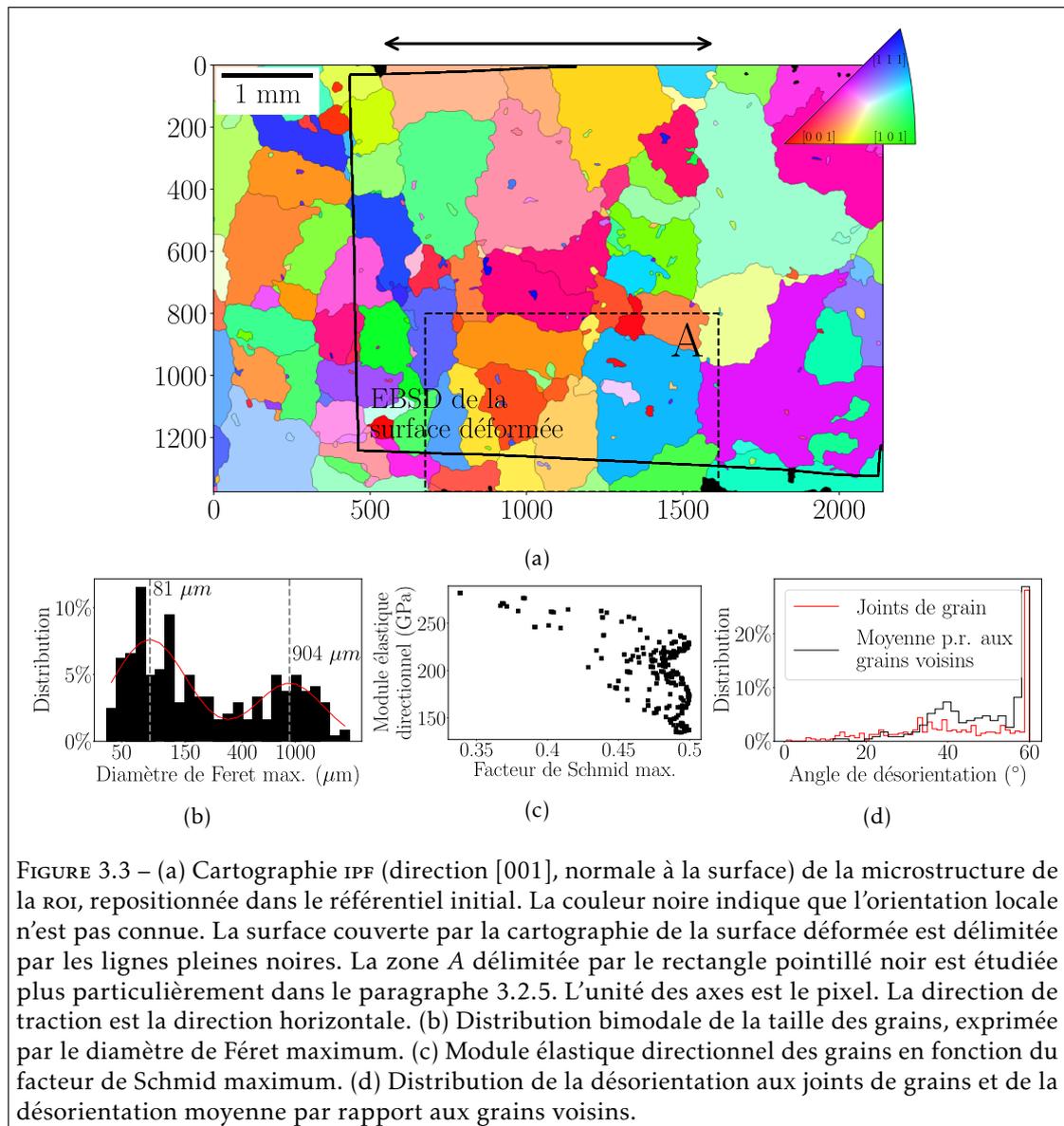
Le matériau utilisé est du fer ARMCO pur à 99,99 %, dont la composition chimique est détaillée dans le tableau 3.1. Une petite éprouvette de traction, de section réduite égale à $5 \times 2.5 = 12,5 \text{ mm}^2$ (géométrie donnée dans l'annexe B), a été découpée par électro-érosion à fil dans un échantillon recristallisé. Le procédé de recristallisation a été effectué afin de grossir les grains. Il a consisté en une déformation appliquée de 1 % suivie d'un traitement de recuit de 1 h à 800°C . Davantage de détails quant à ce procédé de recristallisation sont disponibles dans la thèse de Baudoin [Bau15]. Après polissage de la surface de l'éprouvette, suivant le protocole approprié pour une cartographie EBSD, une ROI de 32 mm^2 a été délimitée par quatre indentations Vickers afin de permettre le repositionnement des données dans le référentiel commun de CIN. Avant la fabrication du mouchetis et la réalisation de l'essai, la microstructure de la ROI a été caractérisée par microscopie optique et EBSD. L'essai mécanique a consisté en une traction monotone jusqu'à environ 2 % de déformation, à température ambiante et avec une vitesse de déformation moyenne de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$. Pendant l'essai, des images de la surface de l'éprouvette sont acquises avec un dispositif optique détaillé dans la sous-section 3.2.1. L'essai est conclu par une décharge élastique finale. La faible valeur de déformation maximale appliquée (2 %) a été choisie afin de caractériser facilement la surface déformée. En effet, après l'essai, le mouchetis a été nettoyé, puis la microstructure déformée a été caractérisée à nouveau par microscopie optique, profilométrie optique (interféromètre optique Veeco Wyko NT110, mode vsr, assemblage de mesures avec un objectif X5 et un pas de mesure égal à $1,6 \mu\text{m}$) et EBSD.

Éléments	C	Si	Mn	P	S	Cr	Cu	Mo	Ni	Sn
% m.	0.001	0.004	0.05	0.003	0.003	0.015	0.009	0.002	0.014	0.002

TABLEAU 3.1 – Composition chimique du fer ARMCO [Bau15].

Présentation de la microstructure

La microstructure de l'éprouvette de fer pur recristallisé est monophasée et à gros grains. Grâce à ces deux caractéristiques, et contrairement à ce qui a été indiqué dans le chapitre 2 (dans le cas d'une microstructure ferrito-perlitique), il est envisageable de cartographier avec EBSD l'ensemble de la ROI. Pour ce faire, deux cartographies EBSD, avec environ 25 % de recouvrement, ont été nécessaires. Ces cartographies ont été réalisées à grossissement X20, avec une tension d'accélération de 15 kV, une distance de travail de 20 mm et un pas de mesure de 3 μm , pendant que l'échantillon était incliné à 70°. À noter toutefois que seule une cartographie EBSD de la surface déformée a été réalisée après l'essai. Cette cartographie couvre 71 % de la ROI.



La microstructure initiale, repositionnée dans le référentiel (initial) de la CIN, ainsi que la surface couverte par la cartographie réalisée après l'essai, sont présentés sur la figure 3.3a. La segmentation de la microstructure (initiale), réalisée avec une valeur seuil de désorientation entre deux grains $\theta_s = 12^\circ$, permet la discrétisation de la ROI en 242 grains de taille, de morphologie et d'orientation différente. La taille moyenne des grains, caractérisée par le diamètre de Féret maximum, est égale à $d = 419 \mu\text{m}$. Ainsi, la loi de Hall-Petch $\Sigma_y = \Sigma_0 + \frac{k}{\sqrt{d}}$, où Σ_0 et k sont deux paramètres matériau, identifiés égaux respectivement à 59,8 MPa et 27,8 MPa.mm^{0.5} dans la thèse de Baudoin [Bau15], prédit une limite d'élasticité égale à 103 MPa. Cette valeur est en bon accord avec la limite d'élasticité mesurée pendant l'essai (voir figure 3.4). Néanmoins, il est probable qu'il s'agisse d'une coïncidence puisque la distribution de la taille des grains, présentée dans la figure 3.3b, est bimodale. En particulier, un grand nombre de grains présentent un diamètre égal à environ 80 μm . Beaucoup d'entre eux semblent être encapsulés dans des grains plus grands, dont le diamètre atteint jusqu'à 1 mm. Cette distribution bimodale est sans doute la conséquence du procédé de recristallisation.

Outre la segmentation, la cartographie EBSD renseigne sur l'orientation cristallographique locale à travers les angles d'Euler ϕ_1 , Φ , ϕ_2 . La matrice de rotation depuis le système de coordonnées global, de l'échantillon, vers le système de coordonnées local, d'un grain donné, peut ensuite être obtenue facilement (voir annexe C). Il est alors possible de calculer divers critères cristallographiques afin d'analyser la déformation individuelle de chaque grain.

- Pour étudier l'anisotropie élastique, le module élastique directionnel, par rapport à la direction de traction, est considéré (voir annexe C). La valeur moyenne de ce paramètre sur la ROI, égale à 198 GPa est, de manière rassurante, proche du module de Young macroscopique évalué égal à 193 GPa à partir de la courbe de traction macroscopique.
- Pour étudier le début de l'activité plastique, le facteur de Schmid maximum est calculé, en considérant uniquement les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$, qui sont rapportés dans la littérature [Du+18; Fra+15], et qui ont été observés sur la micrographie optique de la surface déformée après essai (voir paragraphe 3.2.2). 94 % des grains ont un facteur de Schmid maximum supérieur à 0.4. C'est un résultat typique des polycristaux de structure cc, en raison de leur grand nombre de systèmes de glissement. À noter également que les grains de ferrite ayant un facteur de Schmid faible ont tendance à avoir un module élastique directionnel élevé, comme le souligne la figure 3.3c. Ceci est notamment vrai dans le cas des grains qui ont une direction $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe de traction (voir la figure C.1 en annexe).
- Enfin, la désorientation entre deux grains, i.e. au niveau d'un joint de grains, peut également être calculée à partir des matrices de rotation des deux grains considérés. Afin d'étudier l'environnement des grains, il est proposé d'en déduire la désorientation intergranulaire moyenne, c'est-à-dire la désorientation moyenne par rapport aux grains voisins. Pour chaque grain, cette dernière est obtenue en pondérant les valeurs de désorientation des frontières du grain en fonction de la longueur de ces mêmes frontières. Les calculs sont également détaillés dans l'annexe C. Les distributions de la désorientation aux joints et de la désorientation intergranulaire moyenne sont présentées sur la figure 3.3d. La distribution atteint un premier pic autour d'environ 40° , ce qui est attendu dans un polycristal cubique non texturé, comme illustré en annexe dans la figure C.2. Toutefois, près de 30 % des joints de grains ont une désorientation d'environ 60° . Ces désorientations élevées sont observées entre les petits grains encapsulés et les gros grains correspondants. À nouveau, cette particularité est probablement la conséquence du procédé de recristallisation.

3.2.1 Résultats de corrélation

Mesure de champs cinématiques

Pour cet essai, et uniquement pour cet essai, le dispositif optique utilisé n'est pas celui présenté dans le chapitre 2. En effet, grâce à la microstructure à gros grains, il a été décidé de déplacer le compromis résolution spatiale - précision de mesure de la CIN davantage vers la précision de la mesure de déformation. Ainsi, un objectif télécentrique à grossissement X1 a été monté sur une caméra Ximea MC124-MG équipée d'un capteur CMOS noir et blanc de 4112×3008 pixels. Le champ de vision des images acquises par ce dispositif optique est de $14.2 \times 10,4 \text{ mm}^2$ et la taille d'un pixel est de $3,45 \mu\text{m}$. Pendant l'essai, les images ont été acquises avec une fréquence moyenne de 4 FPS, i.e. tous les 7×10^{-5} incrément de déformation. L'utilisation de ce dispositif optique ne change pas les conclusions du chapitre 2, au contraire : i) la perte de netteté par diffraction est moindre, ii) les distorsions optiques des images acquises sont négligeables et, surtout, iii) l'erreur induite par les mouvements hors-plan est minimisée. Pour s'en convaincre, les valeurs moyennes et les écarts-types sur la ROI de la déformation équivalente de von Mises, après des mouvements de corps-rigide dans le plan et hors-plan, sont présentés, en fonction de la taille d'élément utilisée avec `YADICS`, dans le tableau 3.2. Les valeurs mesurées sont proches de zéro lorsque la taille d'élément est supérieure ou égale à 16×16 pixels. Surtout, la déformation moyenne diminue jusqu'à être pratiquement nulle lorsque la taille d'élément augmente. Cela traduit la faible sensibilité de la chaîne optique aux mouvements hors-plan, qui est apportée par l'objectif télécentrique. Dans cette section, les champs cinématiques seront calculés en utilisant une taille d'élément de 16×16 pixels et un filtre médian de taille 3.

De plus, une jauge de déformation a été collée sur l'autre face de l'éprouvette, afin d'apporter un point de comparaison supplémentaire. La courbe de contrainte-déformation macroscopique est tracée sur la figure 3.4. Un excellent accord est observé jusqu'à $E_x \approx 0,5\%$ ³, ce qui appuie la bonne précision des mesures. En particulier, le module de Young évalué à partir des mesures optiques n'est pas surestimé, contrairement au dispositif présenté dans le chapitre 2. Toutefois, au-delà de 0,5% de déformation appliquée, la valeur mesurée par la jauge est inférieure à la valeur de la méthode homogène renvoyée par `YADICS`; la différence ne cesse d'augmenter jusqu'à la décharge élastique finale. Cette différence s'explique facilement par la petite taille de la jauge ($1 \times 0,7 \text{ mm}^2$) par rapport à la taille caractéristique de la microstructure présentée précédemment. Il est probable que la déformation renvoyée par la jauge corresponde à la déformation plastique de quelques grains sur la face arrière de l'échantillon, et donc qu'elle ne soit pas représentative de la déformation moyenne mesurée sur la face avant.

Taille d'élément (pixels)	Translation rigide dans le plan ((U, V) = (-35, -31) pixels)	Translation rigide hors-plan (100 μm)
8x8	729 ± 428	768 ± 466
16x16	287 ± 167	310 ± 179
32x32	181 ± 114	66 ± 41

TABLEAU 3.2 – Valeurs moyennes et écarts-types de la déformation équivalente de von Mises sur la ROI, en μdef , après des mouvements de corps-rigide dans le plan et hors-plan, en fonction de la taille d'élément. La taille du filtre médian est égale à 3.

3. Dans ce chapitre ainsi que dans la suite du manuscrit, la déformation axiale macroscopique mesurée par la méthode homogène de `YADICS` est notée E_x par soucis d'allègement. Pour rappel, elle était notée $E_{x,H}$ dans le chapitre 2.

Comportement macroscopique

La courbe contrainte-déformation différencie très distinctement le domaine élastique macroscopique du domaine plastique, avec une limite d'élasticité $R_e = 103$ MPa. Comme discuté précédemment, cette valeur est cohérente avec la taille de grains moyenne en surface de l'éprouvette. La transition élastique-plastique ne révèle pas de limites élastiques supérieure et inférieure, ni un plateau de contrainte prononcé. Il s'agit probablement d'une conséquence de la taille de grains millimétrique. Néanmoins, le domaine plastique semble être partagé en une première phase, jusqu'à environ 0,4 % de déformation appliquée, où l'écroutissage est faible, suivie d'une deuxième phase, jusqu'à la décharge élastique, caractérisée par un taux d'écroutissage plus élevé. Le coefficient d'écroutissage, évalué sur l'ensemble du domaine plastique, est égal à 0,14 (la méthode d'évaluation est celle déjà utilisée et précisée dans le chapitre 2, sous-section 2.2.2).

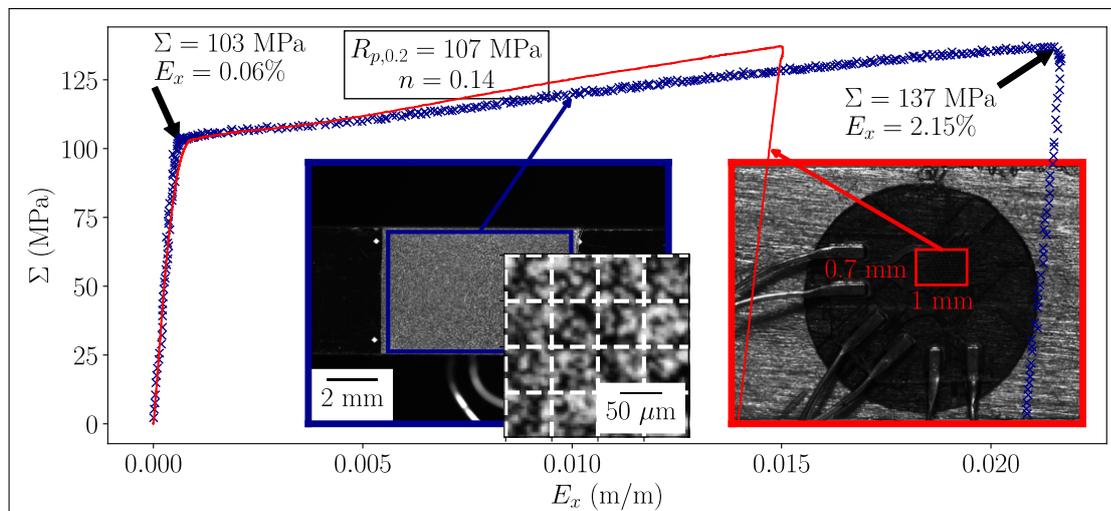


FIGURE 3.4 – Courbe contrainte-déformation conventionnelle. La déformation est mesurée par la méthode homogène de γ DICs (marqueurs X bleus) et par une jauge de déformation (courbe rouge). L'image de gauche montre l'image de référence de la CIN , avec la ROI délimitée par le rectangle bleu, et une image agrandie du mouchetis (la grille blanche superposée à un pas de 16×16 pixels). L'image de droite montre une image agrandie de la face arrière de l'éprouvette, avec la jauge de déformation collée. La limite d'élasticité conventionnelle $R_{p,0.2}$ et le coefficient d'écroutissage n sont évalués égaux respectivement à 107 MPa et 0,14.

Champs locaux de déformation

L'évolution de la déformation de von Mises ϵ_{vm} au cours de l'essai, superposée sur le réseau de joints de grains, est présentée sur la figure 3.5. Au début du domaine élastique, le signal est dominé par le bruit de mesure. Une première localisation est repérée le long d'un joint de grains à $\Sigma \approx 85$ MPa, vers la fin du domaine élastique (figure 3.5a). Ensuite, une seconde localisation, qui traverse quelques grains (figure 3.5b), est détectée juste avant la plastification macroscopique qui a lieu à partir de $\Sigma = 103$ MPa et $E_x = 0,06\%$. Ces localisations sont mises en évidence par des ellipses bleues sur la figure. La première accumule la déformation au fur et à mesure du chargement (voir figure 3.5f), au contraire de la seconde, qui n'est plus observée en fin

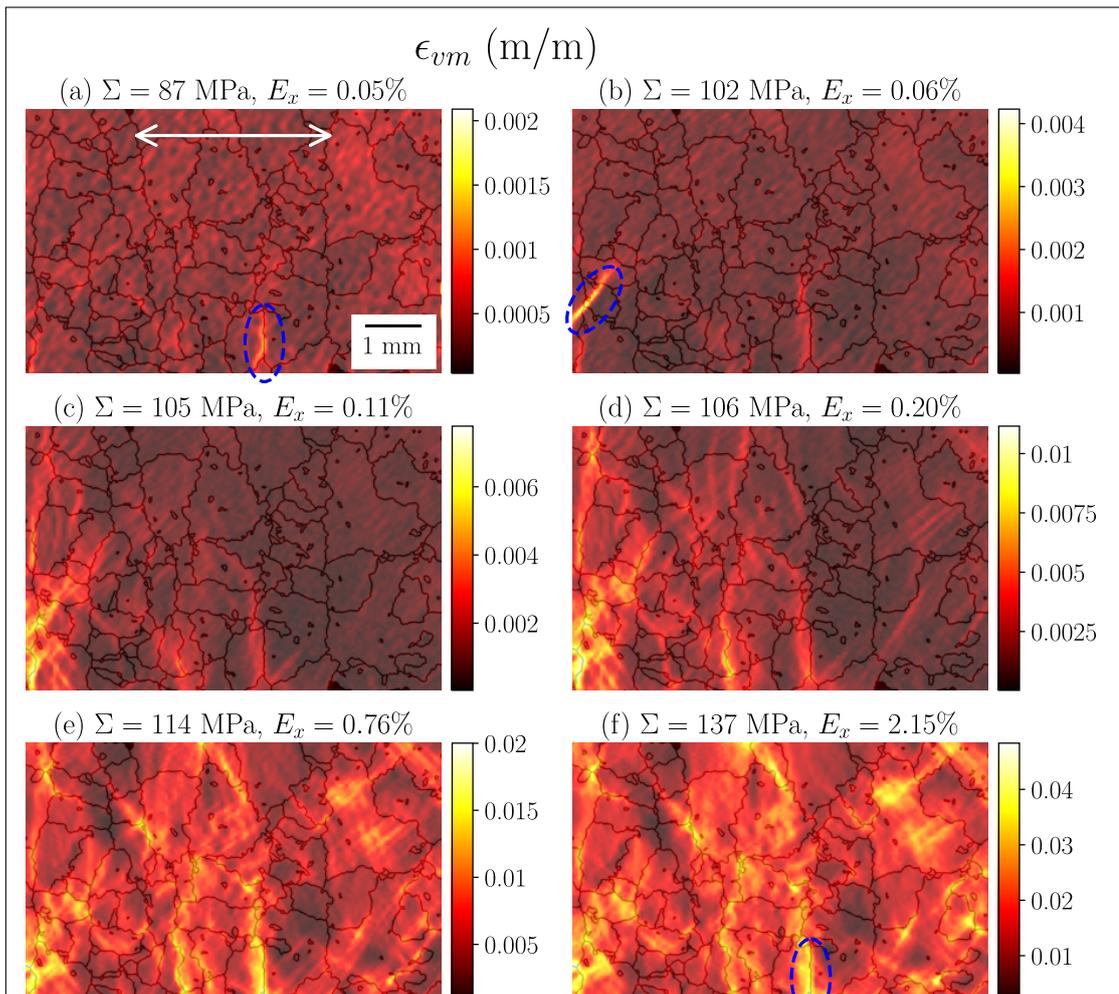


FIGURE 3.5 – Évolution de ϵ_{vm} dans la ROI au cours de l'essai, superposé sur le réseau de joints de grains (dilatés pour une meilleure visualisation). (a) Première localisation avant la plastification macroscopique, (b) Début de la plastification macroscopique, (c), (d), (e) et (f) Régime plastique. Les ellipses bleues mettent en évidence des localisations qui sont commentées dans le corps du texte. La direction de traction est la direction horizontale.

d'essai. Dans les deux cas, une forte activité plastique est déclenchée à proximité; la deuxième localisation est suivie d'hétérogénéités de déformation plastique qui se diffusent rapidement de la gauche vers la droite de la ROI (figure 3.5c). Une structure de déformation plastique est dessinée. L'échelle de cette structure est plus grande que celle des grains. D'importantes localisations plastiques, à une échelle plus locale, sont observées peu après le développement de cette structure (figure 3.5d). Enfin, l'intensité des localisations de déformation augmente de façon monotone avec la déformation macroscopique appliquée, et la distribution spatiale de la déformation est préservée jusqu'à la fin de l'essai (figures 3.5e et 3.5f). D'après ces observations, il semble que les localisations de déformation observées en fin d'essai sont le résultat de l'accumulation de la

déformation en des zones localisées de la structure plastique qui a été dessinée dans un premier temps. Par conséquent, étant donné les différences d'échelle, le développement initial de la structure plastique devrait probablement être différencié de l'accumulation de la déformation dans un second temps, qui résulte en des localisations de déformation plastique.

Afin d'examiner de plus près les localisations de déformation plastique, la figure 3.6 détaille les composantes de déformation ϵ_x , ϵ_y , ϵ_{xy} et la rotation ω_{xy} , après la décharge élastique. La déformation macroscopique, qui est notée $E_{x,F}$ en référence à la fin de l'essai, est égale à 2,09%. Comme la structure de déformation se stabilise très rapidement dans le domaine plastique, les champs de déformation à $E_{x,F} = 2,09\%$ sont représentatifs de ce qui s'est passé pendant le chargement. La déformation mesurée est hétérogène à la fois entre et à l'intérieur des grains. Le champ de déformation axiale met en évidence des localisations de déformation principalement près des joints de grains, en particulier aux jonctions triples. Toutefois, une grande dispersion est observée : certains joints, mis en évidence par des rectangles bleus sur la figure 3.6a, présentent une déformation supérieure à 6% alors que d'autres, mis en évidence par des rectangles cyan, semblent s'être très peu déformés plastiquement. La plupart des joints qui enregistrent une déformation axiale élevée subissent également une rotation importante (figure 3.6d). Une autre zone intéressante, mise en évidence par le cercle bleu plein de la figure 3.6a, montre que la déformation axiale contourne un petit grain. Cette même zone enregistre à la fois des rotations horaire et anti-horaire (figure 3.6d), une forte déformation transversale de compression (figure 3.6b) et un cisaillement important (figure 3.6c) autour du grain faiblement déformé. Ces comportements sont la conséquence de l'accommodation de la déformation hétérogène des grains à cet endroit. On observe d'autres exemples résultant de l'accommodation locale de la déformation, tels que des déformations transversales positives (alors que la déformation transversale macroscopique est logiquement négative), au niveau des cercles bleus pointillés de la figure 3.6b, et également une région où l'amplitude de la déformation de cisaillement est supérieure à celle de la déformation axiale (cercles pointillés cyans sur les figures 3.6a et 3.6c). Ces comportements sont susceptibles de provenir d'un état de contrainte local triaxial, imposé par les grains voisins. Ces observations peuvent être résumées comme suit : i) les joints de grains et les jonctions triples semblent représenter des sites préférentiels de localisation de la déformation plastique, et ii) les hétérogénéités de déformation mesurées sont directement impactées par les grains voisins. Ces deux points sont en accord avec la littérature.

3.2.2 Caractérisation de la surface déformée

Dans un premier temps, la surface déformée, i.e. après l'essai ($E_{x,F} = 2,09\%$), a été observée par microscopie optique. La figure 3.7a présente une zone agrandie de la micrographie optique, qui révèle des bandes de glissement réparties de manière hétérogène, y compris à l'intérieur d'un grain donné⁴. Certaines zones présentent des bandes de glissement intense et du glissement multiple tandis que d'autres ne sont pas ou peu déformées. Il est rassurant de constater que les zones présentant du glissement intense sont celles où une forte déformation a été mesurée par CIN. En outre, une grande variété de bandes est observée (bandes droites, incurvées ou ondulées). Enfin, au niveau des joints de grains, l'orientation des bandes est en général différente de part et d'autre, puisque différents systèmes de glissement sont a priori activés de chaque côté. À noter que la micrographie ne révèle aucune macule, pas plus que la cartographie IPF de la surface déformée (non montrée ici). Cela confirme que le glissement a constitué le principal mécanisme de déformation pendant l'essai.

4. L'observation des bandes de glissement résultant de la déformation est gênée par des rayures de polissage. Ces rayures peuvent être identifiées grâce aux micrographies optiques de la surface avant essai (voir figure D.1 en annexe).

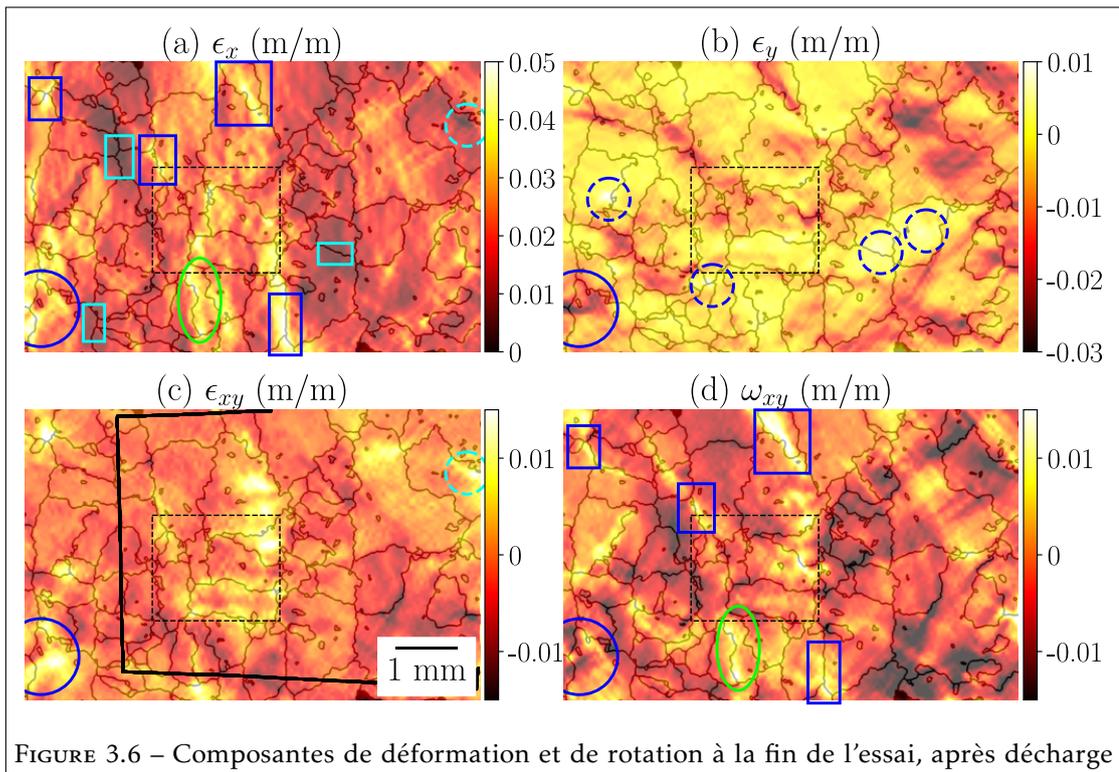
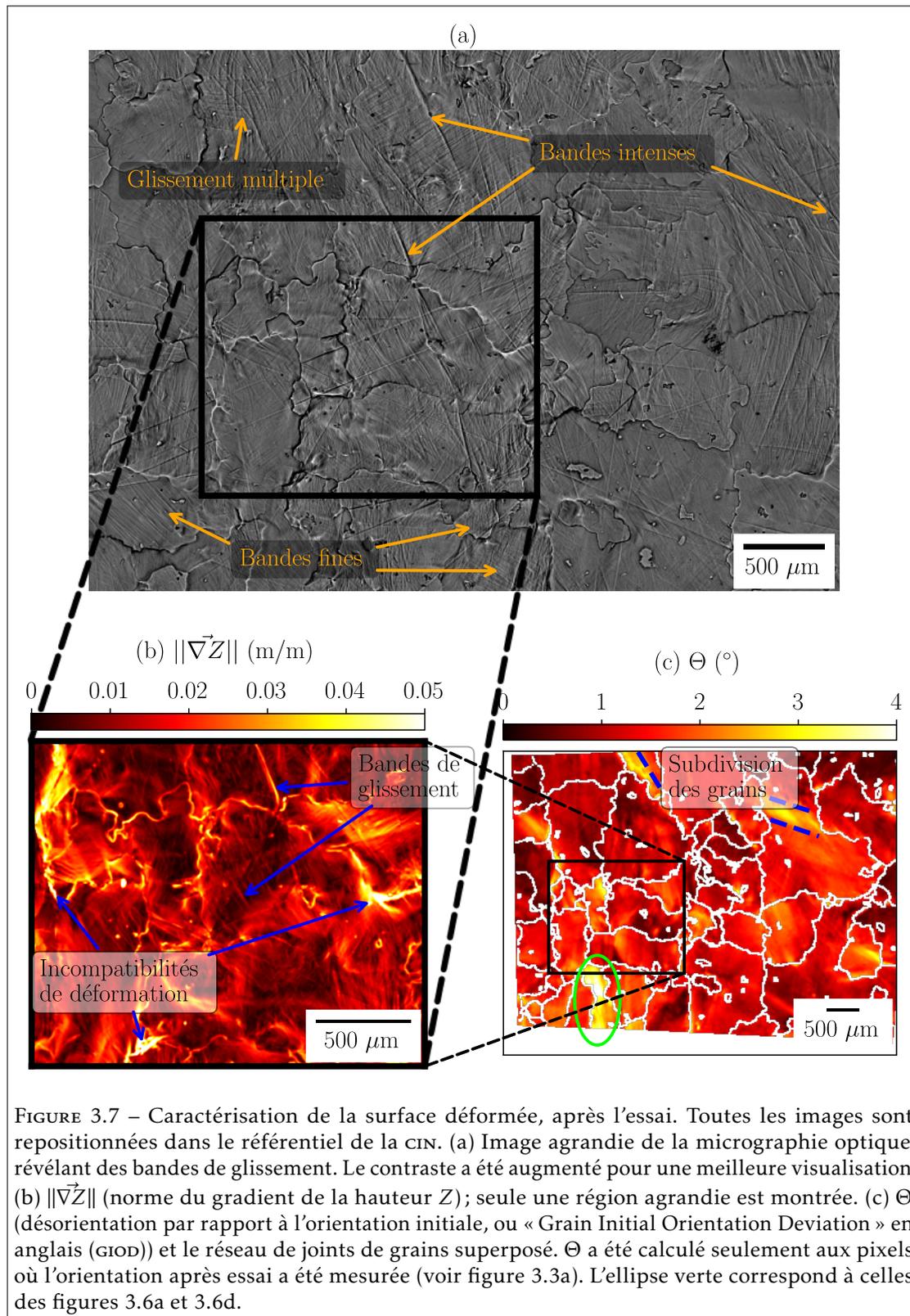


FIGURE 3.6 – Composantes de déformation et de rotation à la fin de l'essai, après décharge élastique ($E_{x,F} = 2,09\%$), superposés sur le réseau de joints de grains (dilatés pour une meilleure visualisation). (a) ϵ_x , (b) ϵ_y , (c) ϵ_{xy} et (d) ω_{xy} . Les rectangles ainsi que les cercles bleus et cyan mettent en évidence des comportements qui sont commentés dans le corps du texte. Les rectangles pointillés noirs délimitent la zone agrandie de la figure 3.7b. Dans la sous-figure (c), la surface couverte par la cartographie EBSD de la surface déformée, donc le champ Θ présenté sur la figure 3.7c, est délimitée par la ligne pleine noire. Enfin, les ellipses vertes dans les sous-figures (a) et (d) correspondent à celle de la figure 3.7c.

Comme rappelé dans l'état de l'art, la caractéristique incurvée des bandes de glissement observées est typique des matériaux cc. De telles bandes, qui résultent de la combinaison de plusieurs plans de glissement, sont communément appelées glissement dévié. Elles soulignent la complexité de l'identification des systèmes de glissement activés pendant l'essai. Néanmoins, en supposant que le glissement se produit suivant des plans cristallographiques, il est possible d'estimer les plans de glissement activés à un niveau mésoscopique en se basant sur les bandes de glissement observées sur la micrographie optique. Pour une bande de glissement donnée, on mesure l'angle entre la bande et la direction de chargement (axe horizontal). En connaissant l'orientation cristallographique du grain où se trouve la bande, l'angle mesuré peut être comparé aux angles théoriques associés à chacun des 48 systèmes de glissement parmi $\langle 111 \rangle \{110\}$, $\langle 111 \rangle \{112\}$ et $\langle 111 \rangle \{123\}$. [BHS+21]. Le calcul des angles théoriques est détaillé dans l'annexe C.

Cette stratégie a été réalisée manuellement parmi 45 grains. Les grains ont été choisis aléatoirement et sont censés être représentatifs de l'ensemble de la surface d'intérêt. 162 systèmes de glissement ont été identifiés. Entre 2 et 6 systèmes activés sont identifiés par grain. Cette distribution est semblable à celle rapportée dans [Tan+19]. Ce nombre a tendance à augmenter



avec la taille du grain étudié. Une explication est que les grains plus grands ont davantage de voisins dont ils doivent accommoder la déformation, ce qui provoque l'activation d'un plus grand nombre de systèmes. Parmi les 45 grains étudiés, il y a toujours un ou deux systèmes de glissement qui ont été activés dans la quasi-totalité du grain. Ces derniers semblent porter la majorité de la déformation du grain. Les autres systèmes activés sont caractérisés par des bandes qui ne sont trouvées que localement, en particulier près des joints de grains. Ces systèmes sont probablement activés en conséquence des interactions avec les grains voisins. Pour finir, la proportion relative des familles de plans $\{110\}$, $\{112\}$ et $\{123\}$ est respectivement de 56 %, 30 % et 14 %. Ces résultats sont présentés succinctement sur la figure D.2 en annexe.

Il est reconnu que l'analyse du glissement ci-dessus présente plusieurs limites. Premièrement, l'hypothèse selon laquelle le glissement se produit le long des plans cristallographiques n'a pas été vérifiée. Deuxièmement, il est possible qu'une bande de glissement donnée ne puisse pas être associée sans ambiguïté à un seul système de glissement. Dans ce cas, le système sélectionné est celui qui présente le facteur de Schmid maximal. Il s'agit d'une hypothèse forte [Hsi10], en particulier près des joints de grains. Enfin, les plans activés identifiés comme étant de type $\{112\}$ ou $\{123\}$ pourraient être formés de glissement élémentaire $\{110\}$ à une échelle plus petite [Cai10; Fra+15], qui ne peut être résolue par l'analyse optique des bandes de glissement. Néanmoins, cette échelle élémentaire n'est pas davantage résolue par les mesures cinématiques de la CIN , et il est donc légitime de considérer les plans de glissement apparents, identifiés à l'échelle mésoscopique. En conjonction avec plusieurs études récentes qui ont observé du glissement uniquement suivant les plans apparents $\{110\}$ et $\{112\}$ dans les monocristaux de $\alpha\text{-Fe}$, à température ambiante et en conditions quasi-statiques [Du+18; Fra+15], seuls les 24 systèmes de glissement $\langle 111 \rangle \{110\}$ et $\langle 111 \rangle \{112\}$ seront considérés par la suite.

Dans un second temps, les mouvements hors-plan qui ont eu lieu sur la roi pendant l'essai ont été mesurés par profilométrie optique. La donnée de sortie est la hauteur locale Z de la surface déformée, après soustraction du terme d'inclinaison. Cette dernière est arbitrairement centrée autour de 0 et varie de -10 à 10 μm . Afin de mieux corrélérer le déplacement hors-plan local aux déformations mesurées par CIN pendant l'essai, et à la microstructure, Z est dérivé spatialement. Le champ étudié est la norme du gradient de la hauteur $\|\vec{\nabla}Z\| = \sqrt{(\frac{\partial Z}{\partial x})^2 + (\frac{\partial Z}{\partial y})^2}$. Il est homogène à une déformation. Une zone agrandie est représentée sur la figure 3.7b. Le champ calculé est extrêmement localisé. Il révèle clairement les joints de grains, qui semblent être des sites préférentiels de mouvement hors-plan. De plus, les bandes de glissement, qui s'accompagnent d'une petite marche hors-plan en surface, sont révélées. Par conséquent, la déformation plastique (dans le plan) hétérogène de la microstructure en surface s'est également accompagnée d'importants mouvements hors-plan. Ce comportement, qui est une forme d'accommodation des hétérogénéités mécaniques sur la surface libre, est bien connu [Zha+18a; Muk+20; Sto+11]. Cependant, les localisations de déformation mesurées avec CIN ne correspondent pas nécessairement aux localisations hors-plan de $\|\vec{\nabla}Z\|$, et inversement. On retiendra donc que la cinématique locale n'est pas capturée dans son intégralité par les informations 2D de la CIN .

Dans un troisième temps, la surface déformée est étudiée par EBSD afin de mesurer la rotation cristallographique locale après l'essai. La cartographie IPF normale à la surface (non présentée ici) met en évidence quelques déviations de couleur mais reste principalement similaire à la cartographie correspondante vierge de déformation. Cela suggère une rotation modeste du réseau cristallin, ce qui n'est pas surprenant puisque la déformation plastique totale est faible (environ 2 %). Néanmoins, afin de caractériser les rotations cristallographiques locales, on choisit de calculer la $\text{GOD } \Theta$, qui représente l'angle de désorientation entre l'orientation cristallographique

avant et après déformation (plus de détails dans l'annexe C). Une valeur est obtenue pour chaque pixel du référentiel qui a été cartographié avec EBSD avant et après l'essai. Cette métrique a déjà été utilisée pour étudier la déformation d'un alliage de magnésium qui a subi de faibles déformations plastiques [Hon+17]. De plus, elle permet une comparaison directe entre les cartographies EBSD avant et après déformation. Le champ Θ est présenté dans la figure 3.7c. Il est également très hétérogène et varie de 0° à plus de 5° , pour une valeur moyenne égale à $1,3^\circ$. Les valeurs les plus élevées sont le plus souvent mesurées à proximité des joints de grains, où des systèmes de glissement additionnels sont activés pour accommoder la déformation des grains voisins. Une explication est que l'activation de différents systèmes de glissement s'accompagne d'une densité plus élevée de dislocations géométriquement nécessaires [KF18], responsables de la rotation locale du réseau [WSN16]. De manière générale, on remarque une corrélation entre les localisations de déformation mesurées par CIN et la rotation cristallographique locale : des valeurs plus élevées de Θ ont tendance à être associées à une déformation plus importante (voir figure D.3 en annexe). Ce résultat est illustré par le grain encerclé en vert sur les figures 3.6a, 3.6d et 3.7c, qui met en évidence une rotation cristallographique particulièrement élevée ainsi qu'une déformation axiale et une rotation (cinématique) importantes. Pour finir, certains motifs distincts de Θ suggèrent des signes précoces de subdivision des grains, c'est-à-dire que certains grains se subdivisent en régions plus petites, qui développent chacune une orientation cristallographique différente en fonction des contraintes locales. Ce comportement, caractéristique de la déformation d'un polycristal, est la conséquence des interactions avec les grains voisins [DGd15; Odd+15; Win+17]. Ces observations confirment le rôle majeur de l'environnement des grains dans les hétérogénéités de déformation mesurées.

Dans les paragraphes suivants, le développement des hétérogénéités de déformation et l'apparition de localisations plastiques seront étudiés plus en détails, sur la base des informations apportées par la caractérisation de la surface déformée, et en utilisant une stratégie multi-échelle, c'est-à-dire depuis une approche statistique globale jusqu'à une approche locale, en passant par l'échelle des grains.

3.2.3 Analyse globale des hétérogénéités et des localisations de déformation

En première approche, une analyse statistique des distributions des composantes de déformation et de rotation est proposée. La ROI est séparée en domaines intragranulaire et intergranulaire (voir figure D.4 en annexe). Le domaine intergranulaire correspond aux joints de grains dilatés. La taille de l'opération morphologique a été choisie afin de faire correspondre la largeur du domaine à un élément de mesure (16×16 pixels). Le domaine intergranulaire résultant représente 10% de la ROI. Le domaine intragranulaire est constitué des 90% restants. Afin de décrire les distributions des différentes composantes de déformation mesurées au cours de l'essai, plusieurs quantiles ont été calculés, en considérant les différents domaines cités précédemment. On s'intéressera plus particulièrement aux quantiles $Q_{0,1}$ et $Q_{0,9}$ (1^{er} et 9^{ème} déciles), dont les évolutions sont tracées dans la figure 3.8, en compagnie de celle de la médiane $Q_{0,5}$, pour les différentes composantes de déformation et de rotation. Pour une meilleure visualisation, la figure ne présente les résultats que jusqu'à $E_x = 1\%$.

Des différences sont observées entre les domaines intragranulaire et intergranulaire sur les quantiles $Q_{0,9}$ et $Q_{0,1}$. En particulier, le quantile $Q_{0,9}$ des distributions de ϵ_x et ω_{xy} est plus grand dans le domaine intergranulaire que dans le domaine intragranulaire, et le quantile $Q_{0,1}$ des distributions de ϵ_{xy} et ω_{xy} est plus petit dans le domaine intergranulaire. Autrement dit, les valeurs extrêmes de déformation axiale et de rotation mesurées dans le domaine intergranulaire, i.e. au niveau des joints de grains, sont plus élevées en valeur absolue que dans le domaine

intragranulaire : la déformation est statistiquement localisée près des joints de grains. Cette observation est résumée par l'asymétrie de la distribution ϵ_{vm} en fin d'essai (non montrée ici), qui est positive et plus grande dans le domaine intergranulaire (coefficient d'asymétrie égal à 0.64) que dans le domaine intragranulaire (0.52). Cependant, l'écart statistique reste relativement faible entre les deux domaines, alors que l'observation des champs de déformation à la fin de l'essai laissait envisager une différence plus marquée. En réalité, les localisations mesurées au niveau des joints de grains ont tendance à déborder sur le domaine intragranulaire. Il est donc probable que ce ne sont pas les joints de grains eux-mêmes qui se déforment, mais plutôt qu'ils sont à l'origine de la déformation dans les grains (en induisant par exemple une contrainte locale plus importante [Hay+19]). La résolution spatiale des mesures cinématiques présentées dans ce travail ne permet pas de l'assurer avec certitude. Néanmoins, d'autres mesures hautement résolues, certes sur des aciers austénitiques ou des superalliages base-nickel, tendent à confirmer cette hypothèse [DGd15; Sti+15].

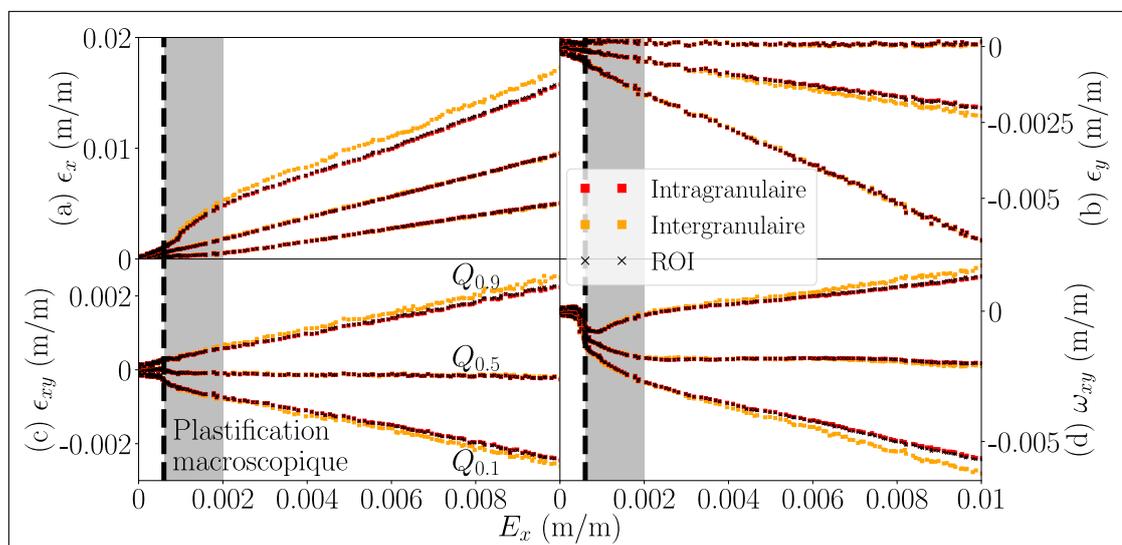


FIGURE 3.8 – Évolution de plusieurs quantiles des distributions de (a) ϵ_x , (b) ϵ_y , (c) ϵ_{xy} et (d) ω_{xy} , jusqu'à $E_x = 1\%$. Les quantiles présentés sont $Q_{0.1}$, $Q_{0.5}$, et $Q_{0.9}$, qui correspondent aux 1^{er}, 5^{ème} et 9^{ème} déciles respectivement (valeur sous laquelle il y a 10%, 50% et 90% de la distribution respectivement). Pour chaque distribution, les quantiles sont calculés sur toute la ROI (noir), sur le domaine intragranulaire (rouge) et sur le domaine intergranulaire (orange). Le rectangle gris indique approximativement la phase intermédiaire entre le régime élastique et le régime associé à l'accumulation de la déformation.

De manière plus intéressante, la différence entre domaines intergranulaire et intragranulaire n'est pas observée directement après la plastification macroscopique; elle apparaît entre $E_x = 0,2\%$ et $E_x = 0,4\%$ selon la distribution. Par la suite, elle augmente avec la charge appliquée, jusqu'à la fin de l'essai (non représentée sur la figure). Puisque la différence entre les deux domaines est assimilée aux localisations de déformation qui sont mesurées en majorité près des joints de grains, cela confirme que les localisations plastiques n'apparaissent pas immédiatement lors de la plastification macroscopique, mais dans un deuxième temps, une fois que la structure plastique est dessinée par les premières hétérogénéités de déformation. Similairement, Tomota et. al. ont différencié la phase de « plastification grain à grain », où la contrainte locale est redis-

tribuée à cause des incompatibilités de déformation plastique, de la « phase III de déformation », caractérisée par l'augmentation de la densité de dislocations [Tom+03]. Dans notre essai, la phase de « plastification grain à grain » correspond au développement de la structure plastique, représenté par le rectangle gris sur la figure 3.8, où une variation non-linéaire des quantiles $Q_{0,9}$ et $Q_{0,1}$ des distributions ϵ_x et ω_{xy} est observée. La « phase III de déformation », qui correspond à la phase d'accumulation de la déformation, débute ensuite et dure jusqu'à la fin de l'essai.

Dans cette analyse globale, la prédominance des localisations de déformation près des joints de grains a été confirmée et le développement de la structure plastique a été différencié de la phase associée à l'accumulation de la déformation. Néanmoins, cette échelle d'investigation, de par son caractère global, ne permet pas d'étudier plus en détails l'apparition des localisations plastiques ni les facteurs influençant le développement de la structure plastique. Cela nécessite des informations obtenues à minima à l'échelle des grains.

3.2.4 Analyse à l'échelle des grains des hétérogénéités et des localisations de déformation

En deuxième approche, les facteurs influençant les hétérogénéités de déformation à l'échelle du grain sont étudiés. Les candidats évidents sont la taille et l'orientation des grains. De plus, comme évoqué précédemment, la désorientation intergranulaire moyenne a été calculée afin d'essayer de caractériser l'environnement des grains. Par conséquent, les paramètres granulaires considérés sont le diamètre de Féret maximum, le module élastique directionnel (afin d'étudier l'anisotropie élastique), le facteur de Schmid maximum, qui caractérise le début de l'activité plastique, et la désorientation intergranulaire moyenne. Il est rappelé que le facteur de Schmid maximum est calculé en ne prenant en compte que les familles de plans {110} et {112}. De plus, tous les grains dont l'aire est inférieure à 16x16 pixels, i.e. un élément de mesure, sont exclus de l'analyse, soit 82 grains (ils représentent environ 33 % du nombre total de grains mais seulement 1 % de la ROI). Parmi les 160 grains restants, le diamètre de Féret maximum varie de 82 à 2545 μm , le facteur de Schmid maximum de 0.34 à 0.5, le module élastique directionnel de 135 à 282 GPa et la désorientation intergranulaire moyenne de 12 à 60°. La figure 3.9a présente la déformation de von Mises moyenne par grain ⁵, après décharge élastique, en fonction de ces quatre paramètres. Une forte dispersion est observée, ce qui signifie qu'aucun de ces paramètres ne possède une influence déterminante.

La corrélation de rang de Spearman est utilisée pour quantifier l'influence relative de ces paramètres sur la déformation moyenne du grain [Zar05]. Cette méthode s'intéresse à la corrélation entre les rangs des deux ensembles de données, c'est-à-dire si une augmentation monotone du premier ensemble est accompagnée d'une augmentation monotone du second. Les résultats de la corrélation de Spearman sont le coefficient de corrélation de Spearman ρ et la valeur-p associée. Le coefficient ρ est distribué entre -1 et 1, dénotant une corrélation parfaite, respectivement négative et positive. Un coefficient de corrélation égal à 0 signifie aucune corrélation. La valeur-p est distribuée entre 0 et 1 et évalue la signification statistique du résultat, par rapport à une hypothèse nulle H_0 et un risque d'erreur α . Ici, H_0 est l'hypothèse selon laquelle « les ensembles de données ne sont pas corrélés » et α est arbitrairement fixé à 0,01. En d'autres termes, si $p < \alpha$, il est jugé improbable que deux ensembles de données aléatoires, i.e. non corrélés, puissent produire un coefficient de corrélation ρ supérieur à celui qui a été calculé. Dans ce cas, H_0

5. Le choix de la déformation équivalente facilite les analyses en synthétisant la contribution des différentes composantes de déformation.

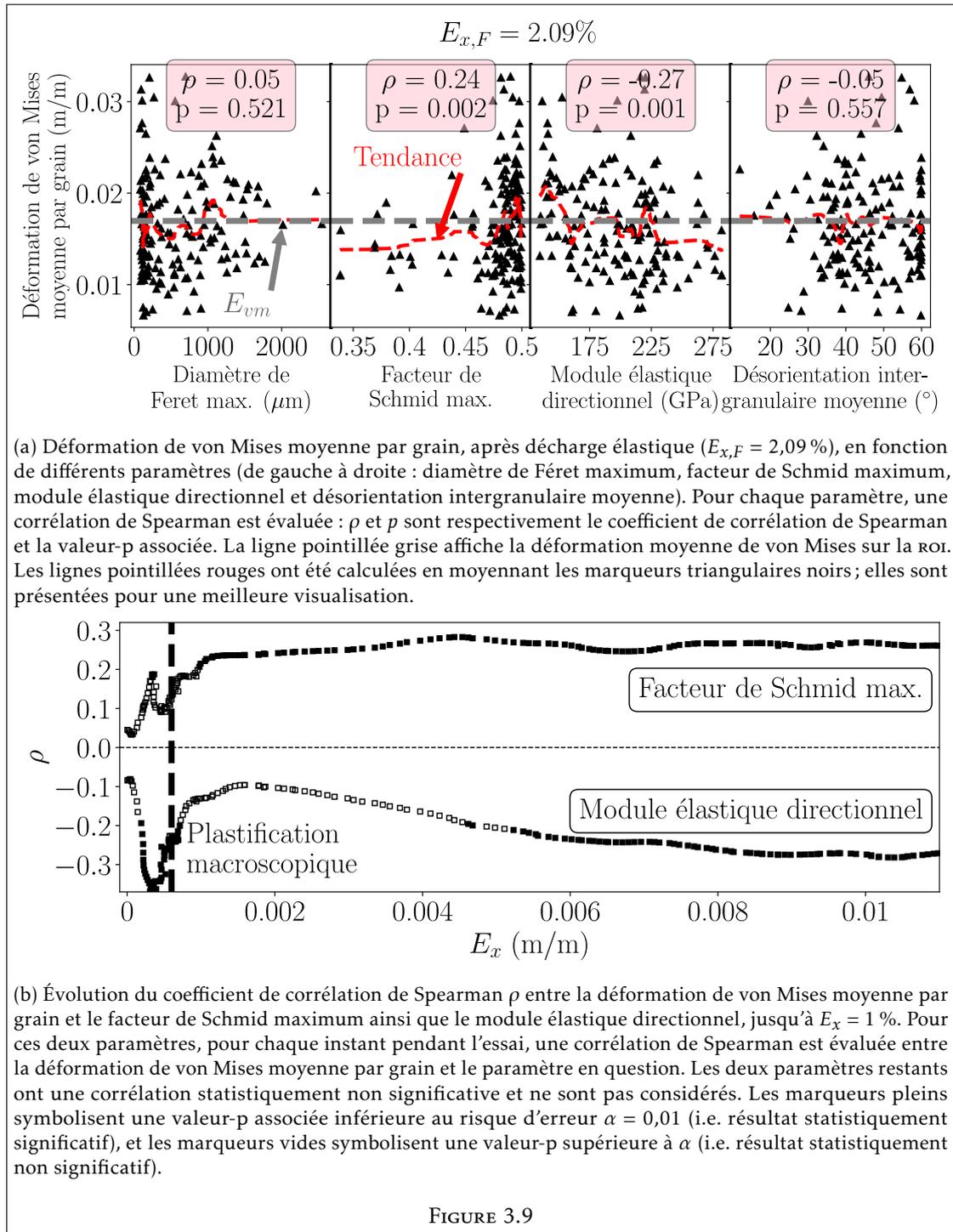


FIGURE 3.9

peut être rejeté et ρ peut être analysé plus en détail. La corrélation de Spearman est davantage détaillée dans l'annexe E.

Les coefficients de corrélation de Spearman et les valeurs-p associées, pour les quatre paramètres granulaires considérés, sont indiqués dans la figure 3.9a. D'une part, le diamètre de Féret maximum et la désorientation intergranulaire moyenne produisent tous deux des valeurs-p élevées et des coefficients de corrélation proches de zéro. Par conséquent, les résultats statistiques correspondants ne sont pas significatifs. L'hypothèse nulle H_0 ne peut pas être rejetée et il est conclu qu'il n'existe pas de corrélation. D'autre part, le facteur de Schmid maximum et le module élastique directionnel, qui se rapportent tous deux à l'orientation cristallographique des grains, produisent des valeurs-p inférieures au risque d'erreur α choisi et des coefficients de corrélation égaux à 0.24 et -0.27 respectivement. H_0 peut être rejeté et, sur la base des valeurs des coefficients de corrélation calculés, il est possible d'affirmer qu'une faible corrélation existe. L'influence du facteur de Schmid maximum est positive, c'est-à-dire que des valeurs plus élevées tendent à conduire à une déformation moyenne du grain plus élevée, et inversement en ce qui concerne le module élastique directionnel. À noter que la même analyse a été réalisée avec la $\text{GOD} \otimes$ moyennée par grain ; les résultats correspondants ne sont pas statistiquement significatifs.

En ce qui concerne le facteur de Schmid maximum, ce résultat est qualitativement bien compris. En effet, la loi de Schmid indique qu'un facteur de Schmid maximum plus élevé signifie que la contrainte de cisaillement résolue critique minimum est plus faible et donc que le glissement se produira plus tôt au cours de l'essai. Dans la littérature, une telle corrélation entre ce paramètre et la déformation mesurée a été principalement rapportée dans le cas de structures *crc* [Tsc+09] ou hexagonales [Zha+18b]. Toutefois, la corrélation semble moins évidente en ce qui concerne les matériaux *cc* [All+12]. Dans le tantale, le coefficient de corrélation de Spearman a été mesuré égal à 0.1 dans le cas d'un polycristal et à 0.8 dans le cas d'un oligocristal (quelques grains) [Car+13]. Le coefficient de 0.24 mesuré dans ce travail reflète probablement le nombre réduit de grains dans la roi, à cause du procédé de recristallisation, comparé à une microstructure non recristallisée. En détails, la plupart des grains à proximité des localisations de déformation intergranulaires mises en évidence sur la figure 3.6a ont des facteurs de Schmid maximums élevés. À l'inverse, le petit grain qui a forcé le contournement de la déformation (mis en évidence sur la même figure) présente l'un des facteurs de Schmid maximums les plus faibles de la microstructure (0.34). Toutefois, on remarque également de nombreux grains qui ont un facteur de Schmid maximum élevé mais qui enregistrent une faible déformation moyenne, d'où la faible corrélation. À noter que la corrélation pourrait être améliorée en considérant des amas de grains voisins avec une orientation proche [Car+13] ou en connaissant la direction de contrainte locale. En effet, dans cette étude, les facteurs de Schmid sont calculés par rapport à la contrainte uniaxiale externe, qui diffère assurément de l'état de contrainte local [Hay+19].

En ce qui concerne le module élastique directionnel, peu d'études mentionnent ce paramètre, même si il a été démontré que l'anisotropie élastique des grains affecte la distribution plastique ultérieure [Bha+21 ; Efs+10 ; Mus+21]. Cependant, il n'est pas clair si la (faible) corrélation mesurée doit être expliquée uniquement par l'anisotropie élastique des grains, qui induit des hétérogénéités de contrainte à l'approche de la plastification microscopique, ou également parce que, dans la microstructure présentée, les grains à faible module élastique ont tendance à avoir un facteur de Schmid maximum élevé, comme présenté précédemment sur la figure 3.3c. À noter qu'un rapport résistance/rigidité est proposé dans la littérature [WD10], mais ce paramètre n'améliore pas la corrélation dans cette étude.

En ce qui concerne la taille des grains, plusieurs réserves justifiées peuvent être émises : i) seule une coupe 2D des grains est connue, ce qui peut ne pas correspondre à la taille véritable du grain dans le volume, ii) il a été rapporté dans d'autres études que le nombre de systèmes

de glissement activés, ainsi que la désorientation, ont tendance à augmenter avec la taille de grain [KBB21 ; Tan+19], et iii) les plus petits grains n'ont pas été intégrés à l'analyse, créant un biais. Toutefois, i) l'isotropie de la microstructure a été vérifiée dans la thèse de Baudoin [Bau15], ii) cela relève davantage du comportement local près des joints, donc des interactions avec les grains voisins, et ne présage pas de la déformation moyenne dans le grain, et iii) dans le travail sur le tantale mentionné précédemment, tous les grains en surface ont été considérés mais les résultats ne sont pas plus statistiquement significatifs pour autant [Car+13].

Enfin, le fait que tous ces paramètres produisent au mieux une faible corrélation confirme qu'aucun d'entre eux ne joue de manière unique un rôle décisif et, par conséquent, que les hétérogénéités plastiques sont régies par les interactions entre grains. À cet égard, il est décevant de ne mesurer aucune corrélation entre la déformation moyenne par grain et la désorientation intergranulaire moyenne. Par conséquent, cela suggère que i) la désorientation n'est pas une métrique appropriée pour décrire l'environnement des grains, comme cela a déjà été conclu dans le cas d'un bicristal d'aluminium [VDK16], ii) les interactions à plus longue portée jouent également un rôle important, comme cela a été souligné dans [Win+17], et iii) les grains (inconnus) dans le volume de l'échantillon sont aussi importants que les grains voisins sur la surface libre. En ce qui concerne ce dernier point, il a en effet été démontré par Zeghadi et al, à l'aide de simulations de plasticité cristalline, que les grains sous-jacents dans le volume ont un impact majeur sur les champs de déformation locaux mesurés sur la surface libre, à la fois dans le régime élastique et le régime plastique [Zeg+07b; Zeg+07a]. Par conséquent, cette influence, qui ne peut être traitée par la présente étude, altère très probablement les corrélations mesurées.

Cette analyse a été reproduite pour chaque image acquise pendant l'essai afin de renforcer les résultats, et également d'étudier l'évolution temporelle de l'influence du facteur de Schmid maximum et du module élastique directionnel sur la déformation moyenne par grain. L'évolution des coefficients de corrélation correspondants ρ est tracée sur la figure 3.9b, jusqu'à $E_x = 1\%$ pour une meilleure visualisation. Le coefficient de corrélation du facteur de Schmid maximum augmente légèrement dans le domaine élastique jusqu'à $\rho \approx 0.1$, puis augmente à nouveau, à $E_x \approx 0,05\%$, peu avant la plastification macroscopique, jusqu'à atteindre une valeur stabilisée, autour de $E_x \approx 0,12\%$, qui correspond à celle calculée à $E_{x,F} = 2,09\%$. Quant au coefficient de corrélation du module élastique directionnel, sa valeur absolue augmente dans le domaine élastique jusqu'à $|\rho| \approx 0.3$, puis diminue jusqu'à $|\rho| \approx 0.1$ (entre $E_x \approx 0,05\%$ et $0,16\%$), et augmente enfin pour revenir à sa valeur stabilisée qui est atteinte autour de $E_x \approx 0,8\%$.

Ces observations suggèrent deux points. Premièrement, pendant le chargement élastique, l'augmentation de la valeur absolue du coefficient de corrélation du module élastique directionnel est logique puisque ce paramètre vise à caractériser l'anisotropie élastique des grains. Comme les grains à faible module élastique ont tendance à avoir un facteur de Schmid maximum élevé, le coefficient de corrélation du facteur de Schmid maximum augmente également. On peut donc affirmer que la (faible) corrélation entre le module élastique et la déformation moyenne par grain est principalement le résultat de l'anisotropie élastique, qui induit des hétérogénéités de contrainte à un stade précoce.

Deuxièmement, à $E_x \approx 0,05\%$, les premières hétérogénéités plastiques sont mesurées, comme présenté précédemment sur la figure 3.5a, ce qui justifie l'augmentation importante du coefficient de corrélation du facteur de Schmid maximum à partir de ce moment. Il est particulièrement intéressant de noter que sa valeur stabilisée est atteinte rapidement, avant $E_x = 0,2\%$, c'est-à-dire avant le début de la phase d'accumulation de la déformation, comme il a été conclu à partir des analyses statistiques produites à l'échelle globale. Ceci indique que l'influence (faible) du facteur de Schmid maximum sur la déformation moyenne par grain existe principalement dans le développement de la structure plastique. Au contraire, le facteur de Schmid maximum n'est

pas un paramètre adéquat pour comprendre les localisations de la déformation, en dehors du fait que la déformation a tendance à s'accumuler au sein de la structure plastique, dessinée dans un premier temps. Cela pourrait expliquer pourquoi le facteur de Schmid maximum est parfois rapporté comme n'ayant aucune influence sur les hétérogénéités de déformation, lorsque les localisations de déformation ne sont pas différenciées de la structure plastique grossière. À l'inverse, la loi de Schmid a été rapportée comme étant statistiquement satisfaite lors de l'étude des faibles déformations plastiques d'un alliage de titane β [BHS+21].

En résumé, cette échelle d'investigation permet d'avoir une idée de la manière dont la structure de la déformation plastique se construit pendant la plastification macroscopique. Aucune corrélation n'a été trouvée entre la déformation moyenne des grains et la taille des grains, mais une faible corrélation a été trouvée avec l'orientation cristallographique, telle que caractérisée par le module élastique directionnel et le facteur de Schmid maximum. Il en est déduit que les hétérogénéités de contraintes précoces induites par l'anisotropie élastique des grains et les prédispositions différentes au glissement jouent un rôle dans la formation des hétérogénéités de déformation. Cependant, les faibles coefficients de corrélation confirment l'influence de premier ordre de l'environnement des grains, qui n'est malheureusement pas capturée par la désorientation intergranulaire moyenne, d'autant plus que la microstructure sous-jacente dans le volume n'est pas connue. De plus, il est confirmé, à l'aide d'une analyse différente, que les localisations de déformation apparaissent dans un deuxième temps, une fois que la structure plastique est dessinée.

Cependant, cette échelle reste limitée. D'une part, les interactions entre grains ne sont pas expliquées. D'autre part, l'apparition des localisations de déformations n'est toujours pas résolue : en effet, les mesures mentionnées ci-dessus sont liées aux grains et ne peuvent donc pas traiter le comportement des joints de grains, près desquels la déformation est souvent localisée. De manière analogue, l'échelle très réduite des localisations plastiques est inférieure à l'échelle des grains. Pour ces raisons, une approche locale est nécessaire.

3.2.5 Analyse locale des hétérogénéités et des localisations de déformation

La compréhension approfondie de l'historique de la déformation dans la ROI nécessite l'identification des systèmes de glissement qui ont été activés au cours de l'essai. La stratégie manuelle d'identification du glissement à partir des bandes visibles sur la cartographie optique, présentée précédemment, est trop lourde pour être étendue à toute la surface, et, de surcroît, ne renseigne pas sur ce qu'il s'est passé au cours du chargement. Une alternative consiste à identifier les systèmes de glissement activés à l'aide des mesures cinématiques. Cela a déjà été effectué, mais dans le cas de mesures à l'échelle des discontinuités de déplacement induites par le glissement [CD17]. Or, ce n'est pas le cas des essais présentés dans ce travail de thèse, tel que discuté dans le chapitre 2. En conséquence, deux méthodes originales d'identification du glissement à partir des mesures cinématiques ont été développées et sont détaillées ci-après : i) après décharge élastique et ii) pendant le chargement. Ces méthodes sont ensuite appliquées dans une région agrandie de la ROI, où plusieurs localisations plastiques ont été mesurées.

Identification des systèmes de glissement activés à partir des mesures cinématiques après décharge élastique

La loi de Schmid stipule que le glissement se produit le long d'un système α lorsque la contrainte de cisaillement résolue agissant sur un système de glissement atteint une valeur critique. Une fois activé, ce système contribue à la déformation plastique et sa contribution est mesurée par son taux de glissement $\dot{\gamma}_\alpha$. Si plusieurs systèmes sont actifs, la partie plastique

du tenseur gradient des vitesses $\underline{\underline{L}}^p$ s'écrit comme étant égal à la somme des contributions individuelles de chaque système de glissement :

$$\underline{\underline{L}}^p = \sum_{\alpha} \dot{\gamma}_{\alpha} (\underline{d}_{\alpha} \otimes \underline{n}_{\alpha}) \quad (3.1)$$

où \underline{d}_{α} et \underline{n}_{α} sont respectivement les vecteurs unitaires de la direction du glissement et de la normale au plan de glissement. En outre, si l'on suppose que la déformation plastique se produit uniquement par glissement, l'équation ci-dessus peut être intégrée :

$$\underline{\underline{H}}^p = \sum_{\alpha} \gamma_{\alpha} (\underline{d}_{\alpha} \otimes \underline{n}_{\alpha}) \quad (3.2)$$

où $\underline{\underline{H}}^p$ est la partie plastique du tenseur gradient du déplacement et γ_{α} est la déformation plastique par glissement sur le système α . En considérant uniquement les familles de plans $\{110\}$ et $\{112\}$ (voir le tableau 3.3 pour la notation), cela conduit à 9 équations, une pour chaque composante du tenseur, et 24 systèmes candidats. Par conséquent, si le nombre de systèmes de glissement potentiellement activés en un point est réduit à 9 ou moins, et si les parties élastique et plastique du tenseur gradient de déplacement peuvent être isolées, il est possible d'accéder localement à l'activité de glissement.

#1	#2	#3	#4	#5	#6
(110)[1 $\bar{1}$ 1]	(110)[$\bar{1}$ 11]	(1 $\bar{1}$ 0)[111]	(1 $\bar{1}$ 0)[11 $\bar{1}$]	(010)[11 $\bar{1}$]	(010)[$\bar{1}$ 11]
#7	#8	#9	#10	#11	#12
(10 $\bar{1}$)[111]	(10 $\bar{1}$)[1 $\bar{1}$ 1]	(011)[11 $\bar{1}$]	(011)[1 $\bar{1}$ 1]	(01 $\bar{1}$)[111]	(01 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 11]
#13	#14	#15	#16	#17	#18
(112)[11 $\bar{1}$]	(11 $\bar{2}$)[111]	(1 $\bar{1}$ 2)[$\bar{1}$ 11]	($\bar{1}$ 12)[1 $\bar{1}$ 1]	(121)[1 $\bar{1}$ 1]	(12 $\bar{1}$)[$\bar{1}$ 11]
#19	#20	#21	#22	#23	#24
(1 $\bar{2}$ 1)[111]	($\bar{1}$ 21)[11 $\bar{1}$]	(211)[$\bar{1}$ 11]	(21 $\bar{1}$)[1 $\bar{1}$ 1]	(2 $\bar{1}$ 1)[11 $\bar{1}$]	($\bar{2}$ 11)[111]

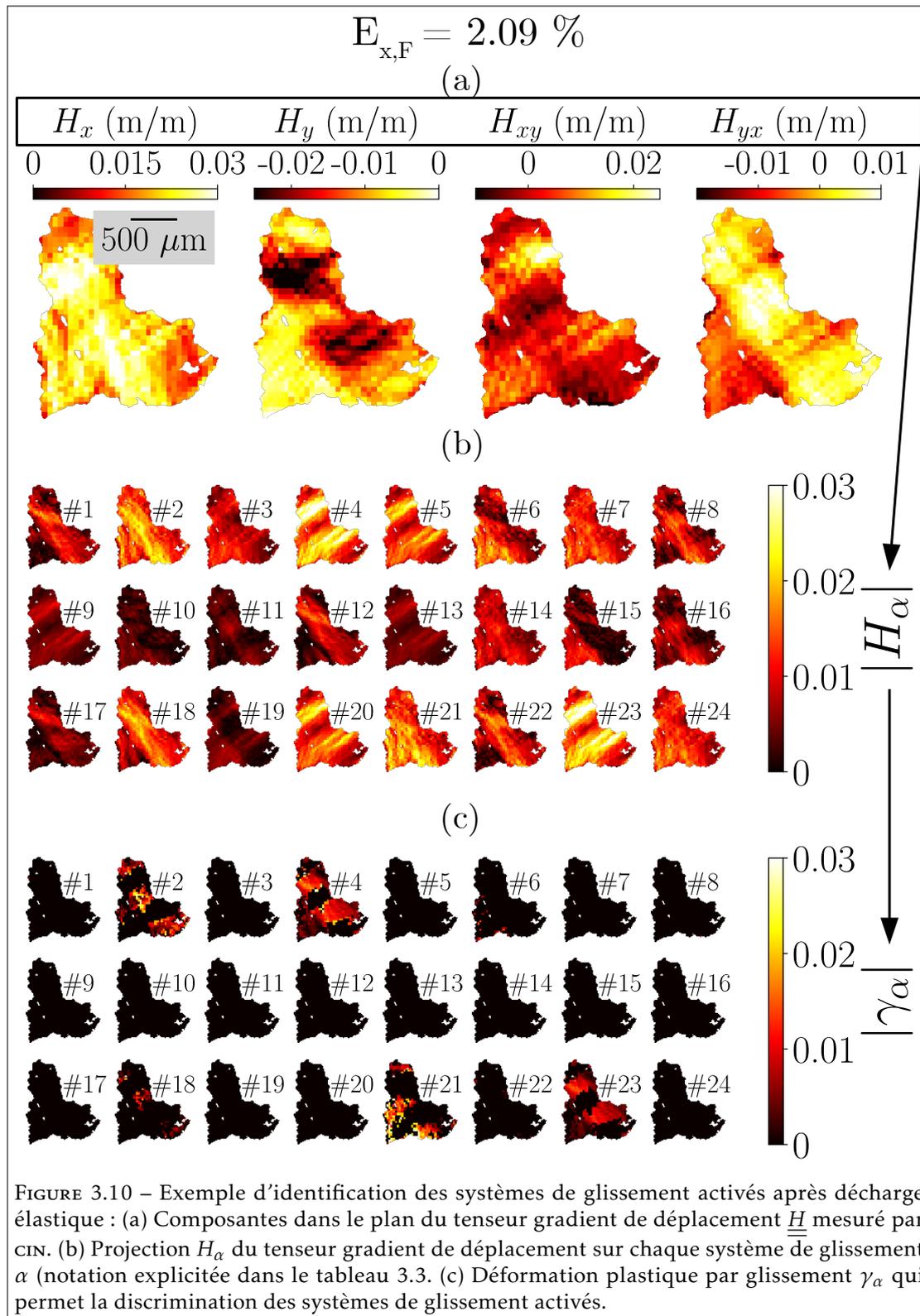
TABLEAU 3.3 – Notation des 24 systèmes de glissement appartenant aux familles de plan $\{110\}$ et $\{112\}$.

Des stratégies proches se sont déjà avérées fructueuses lorsqu'elles ont été couplées à des simulations numériques [Abu+12; Gue+16; Gui10]. Toutefois, l'objectif de la méthode présentée ici est d'identifier les systèmes de glissement activés en se basant uniquement sur les mesures cinématiques. Le point de départ est le tenseur gradient de déplacement :

$$\underline{\underline{H}} = \begin{pmatrix} H_x & H_{xy} & H_{xz} \\ H_{yx} & H_y & H_{yz} \\ H_{zx} & H_{zy} & H_z \end{pmatrix}$$

à $E_{x,F} = 2,09\%$ (après décharge élastique), dont les composantes dans le plan (H_x , H_y , H_{xy} et H_{yx}) ont été mesurées avec CIN, comme illustré sur la figure 3.10a. Tout d'abord, les hypothèses suivantes sont faites :

- La contribution élastique est négligée : $\underline{\underline{H}}^p \approx \underline{\underline{H}}$.



- Par incompressibilité plastique, $\text{tr}(\underline{H}) = 0 \rightarrow H_z = -(H_x + H_y)$.
- Les autres composantes ne sont pas connues et sont supposées égales à zéro : $H_{zx} = H_{zy} = H_{xz} = H_{yz} = 0$.

Les deux premières hypothèses sont raisonnables et sont retrouvées dans les travaux mentionnés précédemment ([Abu+12; Gue+16]). La première est d'autant plus justifiée par la décharge élastique. À l'inverse, la troisième hypothèse est sujette à des erreurs, d'autant plus que des mouvements hors-plan non négligeables se sont produits lors de l'essai, comme mesuré par profilométrie optique.

Ensuite, le tenseur gradient de déplacement résultant peut être projeté sur chaque système de glissement candidat :

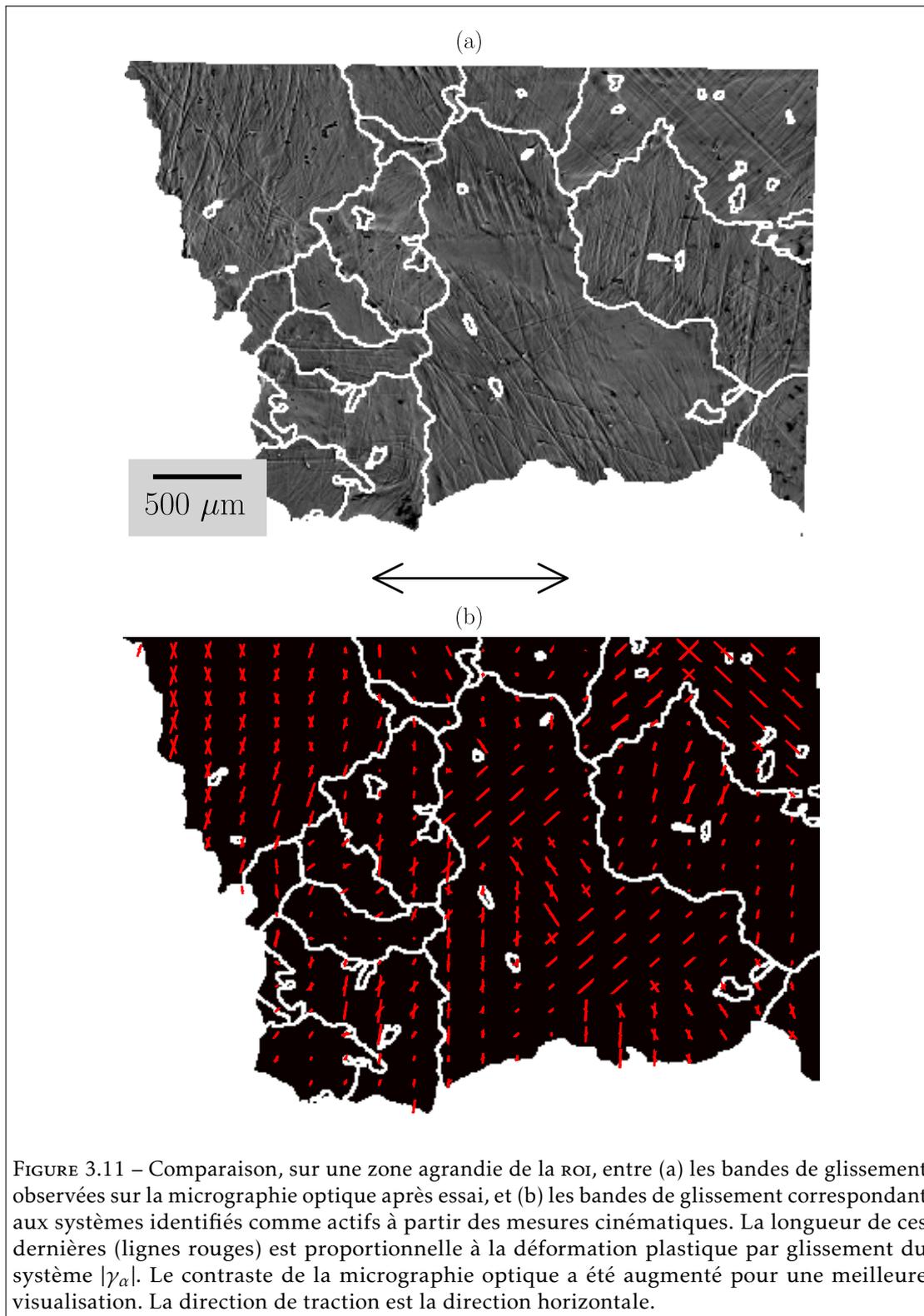
$$H_\alpha = n_\alpha \cdot \underline{H} \cdot d_\alpha \quad (3.3)$$

Une valeur scalaire (non nulle) est obtenue pour chaque système et pour chaque point de mesure, comme le montre la figure 3.10b. Cependant, il est évident que les 24 systèmes n'ont pas tous été activés au sein d'un élément de mesure donné. Il faut donc souligner que H_α n'est pas égal à la déformation plastique par glissement γ_α , mais doit plutôt être considéré comme la probabilité que le système de glissement correspondant ait effectivement contribué à la déformation.

Enfin, afin d'obtenir γ_α , le nombre de systèmes de glissement considérés doit être réduit à 9 ou moins, comme dit précédemment. Les 24 valeurs de H_α , apportées par l'étape précédente, établissent un critère objectif pour discriminer les systèmes de glissement à utiliser dans l'équation 3.2 : les systèmes à considérer sont ceux qui correspondent aux neuf plus grands $|H_\alpha|$. Il est donc possible d'identifier tous les systèmes de glissement activés localement et de calculer les déformations plastiques par glissement de chaque système. Néanmoins, en pratique, la résolution de l'équation 3.2 avec plus de deux systèmes de glissement conduit parfois à des valeurs absurdes. Par conséquent, seuls les deux systèmes ayant le plus grand $|H_\alpha|$ sont considérés.

Un logigramme détaillant la méthode est proposé sur la figure D.5 en annexe. De plus, cette dernière est illustrée dans un grain exemple sur la figure 3.10c. Les résultats montrent que les systèmes 2, 4, 18, 21 et 23 ont été activés. Ils indiquent également une activité mineure du système 6, qui semble résulter d'un artefact. Il convient alors de fixer un seuil arbitraire pour distinguer les systèmes réellement activés de ceux identifiés à cause du bruit de mesure : toutes les valeurs γ_α sont additionnées dans le grain entier, pour chaque système de glissement, et le seuil est fixé arbitrairement à 10 % de la somme la plus élevée, c'est-à-dire par rapport au système dont l'activité est la plus grande dans le grain.

La qualité de l'identification peut être évaluée à l'aide des bandes de glissement présentes sur la micrographie optique de la surface déformée. Les bandes de glissement théoriques correspondant aux systèmes de glissement cinématiquement identifiés sont affichées sur la figure 3.11b, pour une zone agrandie de la roi. Elles sont comparées aux bandes de glissement effectivement observées sur la micrographie optique présentées sur la figure 3.11a. Dans l'ensemble, un bon accord est trouvé. Dans la plupart des grains, l'orientation, ainsi que la distribution spatiale et l'intensité des bandes de glissement identifiées cinématiquement, correspondent à la micrographie optique. Cependant, des différences sont également observées dans de nombreuses zones. Cela suggère que les systèmes de glissement activés ne sont pas toujours correctement identifiés. Les sources potentielles d'erreur sont i) le bruit de la mesure cinématique par CIN, ii) la contribution élastique locale, iii) les composantes hors-plan inconnues du tenseur gradient de déplacement, iv) du glissement ayant lieu sur les plans {123} (ou tout autre système qui n'appartient pas aux 24 systèmes considérés) et v) l'activation de plus de deux systèmes en un même point de mesure. Comme admis précédemment, il est probable que la principale source



d'erreur soit la non détermination des composantes hors-plan de \underline{H} . Néanmoins, la méthode présentée permet d'identifier de manière satisfaisante les systèmes de glissement activés, après décharge élastique, sur l'ensemble de la roi. De plus, elle permet de calculer la déformation plastique par glissement γ_α propre à chaque système.

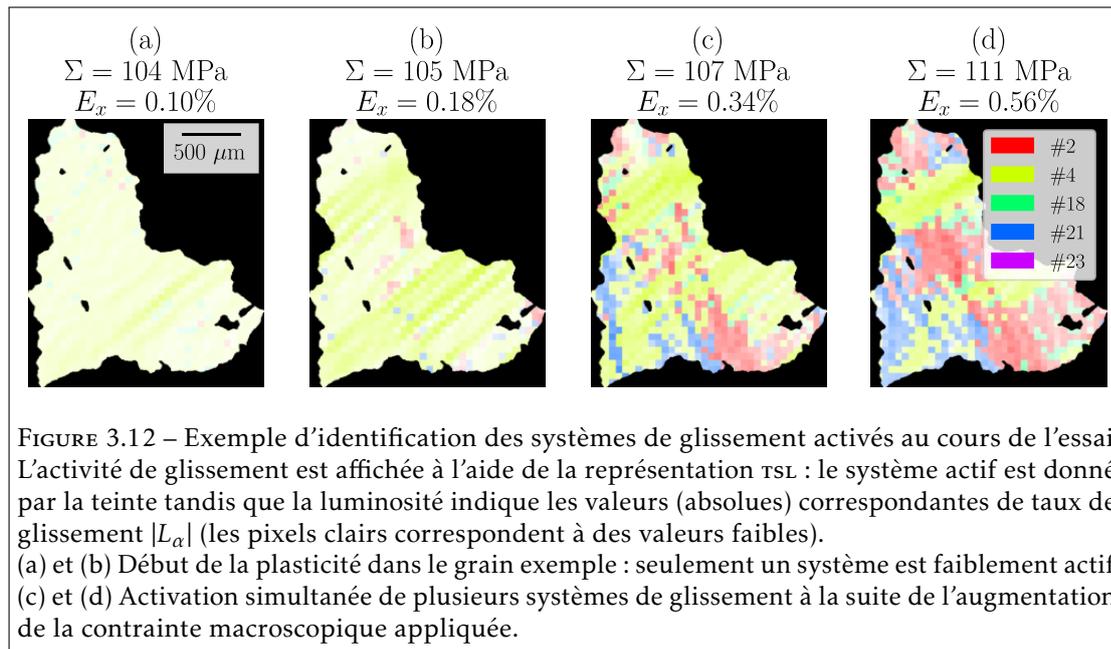
Identification des systèmes de glissement activés à partir des mesures cinématiques au cours de l'essai

Malheureusement, l'analyse précédente se limite à la décharge élastique, à la fin de l'essai ($E_{x,F} = 2,09\%$), une fois que la contribution élastique peut être négligée. A fortiori, elle ne peut pas être appliquée pendant la transition élastique-plastique, où le tenseur gradient de déplacement \underline{H} n'est pas pertinent. En revanche, afin d'étudier l'activité de glissement autour de la plastification macroscopique, le tenseur gradient des vitesses \underline{L} peut être considéré. Ses quatre composantes dans le plan L_x, L_y, L_{xy} et L_{yx} sont calculées en dérivant par rapport au temps les composantes correspondantes de \underline{H} . Comme pour la méthode précédente, les autres composantes, hors-plan donc non mesurées, sont supposées égales à zéro (L_{zx}, L_{zy}, L_{xz} et L_{yz}) ou déduites par incompressibilité plastique (L_z). De toute évidence, l'hypothèse d'incompressibilité plastique est absurde dans le domaine élastique macroscopique. Cependant, la contribution plastique au tenseur gradient des vitesses \underline{L} est plus importante que la contribution élastique, et, par conséquent, l'activation du glissement est clairement visible, comme illustré sur la figure 3.12. Comme pour le tenseur gradient de déplacement, \underline{L} est projeté sur chaque système de glissement candidat :

$$L_\alpha = n_\alpha \cdot \underline{L} \cdot d_\alpha \quad (3.4)$$

Toutefois, contrairement à la méthode précédente, la résolution de l'équation 3.1 ne donne pas des résultats satisfaisants, à cause de la dérivation temporelle qui augmente les erreurs. Par conséquent, il est décidé de s'en tenir aux valeurs de L_α . Ainsi, une valeur scalaire est obtenue non seulement pour chaque système et pour chaque point de mesure, mais aussi pour chaque image pendant l'essai. Pour un point de mesure donné, à un instant donné, le système de glissement correspondant au $|L_\alpha|$ maximum est affiché. La représentation Teinte Saturation Luminosité (tsl) est utilisée pour une meilleure visualisation des données : les systèmes de glissement sont différenciés grâce au canal de teinte et les valeurs correspondantes de taux de glissement sont indiquées par le canal de luminosité (les pixels clairs correspondent à des valeurs faibles). Le canal de saturation n'est pas utilisé. Un logigramme détaillant la méthode est proposé sur la figure D.6 en annexe.

Un exemple de cette représentation est détaillé dans la figure 3.12. L'accent est mis sur le même grain qui avait déjà été présenté sur la figure 3.10, où les systèmes de glissement 2, 4, 18, 21 et 23 ont été identifiés comme activés sur la base du tenseur gradient de déplacement, mesuré à $E_{x,F} = 2,09\%$. Pendant le domaine élastique macroscopique (non montré ici), de nombreux systèmes sont affichés sans corrélation spatiale, sous forme de pixels lumineux, c'est-à-dire avec un $|L_\alpha|$ très faible. Cela correspond à l'absence d'activité plastique. Après la déformation macroscopique, à partir de $E_x \approx 0,1\%$, le système 4 est activé dans le grain entier, d'abord avec de faibles valeurs puis par des bandes plus intenses à environ 45° , comme l'illustrent les figures 3.12a et 3.12b. Ce n'est que plus tard que d'autres systèmes sont activés : le système 2 est observé à travers une bande inclinée au milieu du grain et le système 21 émerge dans la partie inférieure gauche du grain (figure 3.12c). Avec l'augmentation de la déformation, ces deux systèmes prennent le dessus sur le système 4 précédemment activé, sauf dans quelques zones (figure 3.12d). Deux



différences sont remarquées par rapport à l’identification cinématique après décharge élastique : d’une part, le système 23 n’est pas observé. Puisque γ_{23} partage la même distribution spatiale dans le grain que γ_4 dans la figure 3.10c, il est probable que L_{23} soit dominé par L_4 pendant toute la durée du chargement dans la figure 3.12. Les bandes de glissement, visibles sur la micrographie optique de la figure 3.11a, ne peuvent pas (in)valider cette hypothèse car les angles théoriques entre la direction de traction et les bandes de glissement correspondantes sont tous deux égaux à 42° . De plus, le fait que le système 4 soit remplacé par d’autres systèmes pendant la déformation peut expliquer pourquoi les bandes de glissement correspondantes à ce système (42°) sont à peine perceptibles sur la figure ??a en annexe. D’autre part, le système 18 n’est observé que de manière éparse autour du système 2 sur la figure 3.12, ce qui suggère qu’il a été identifié à tort précédemment. Dans ce cas, cette hypothèse est confirmée par la micrographie optique qui ne révèle aucune bande de glissement se rapportant au système 18.

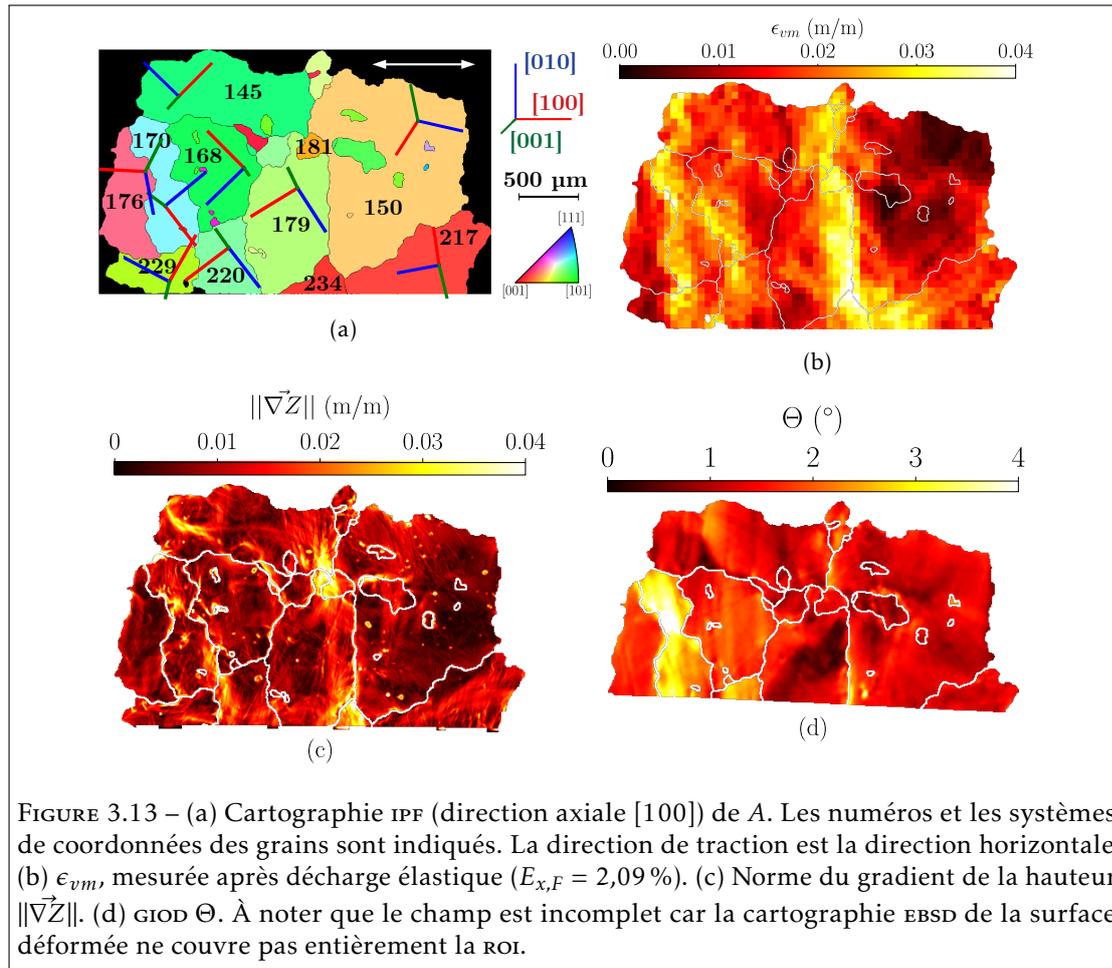
À noter que, pour une meilleure visualisation, seuls les cinq systèmes qui ont été identifiés dans la figure 3.10 ont été introduits dans la figure 3.12. En effet, il est impossible de différencier distinctement 24 teintes différentes se rapportant aux 24 systèmes de glissement. Toutefois, il est assuré qu’aucune autre activité que les systèmes de glissement mentionnés précédemment n’est observée dans ce grain. Par conséquent, cette seconde identification apporte des informations précieuses à la première identification cinématique effectuée après décharge élastique, et vice versa. À l’aide des deux méthodes utilisées conjointement, les systèmes de glissement peuvent être identifiés avec plus de confiance et, surtout, l’activité de glissement pendant la transition élastique-plastique peut être étudiée. En contrepartie, les valeurs de L_α n’ont pas la prétention d’être précises.

Application des méthodes d'identification des systèmes de glissement activés

Ces méthodes d'identification des systèmes de glissement activés sont appliquées dans une zone agrandie de la ROI, constituée de 33 grains (voir figure 3.13a), où plusieurs localisations plastiques ont été mesurées (voir figure 3.13b). Par facilité, cette zone est appelée A dans la suite. La norme du gradient de la hauteur $\|\vec{\nabla}Z\|$ et la $\text{GIOD } \Theta$, toutes deux calculées à partir de la caractérisation de la surface déformée comme détaillé dans le paragraphe 3.2.2, sont également affichées sur les figures 3.13c et 3.13d respectivement. L'ensemble des observations précédemment discutées est retrouvé dans A : i) la déformation est principalement localisée autour de certains joints de grains (179-150, 145-150, 176-170 et 170-168). De plus, dans la plupart des cas, ces localisations semblent être contenues à un côté de la frontière, dans un des grains. ii) Des mouvements hors-plan significatifs se sont produits pendant l'essai, mais $\|\vec{\nabla}Z\|$ est beaucoup plus localisé que ϵ_{vm} : il semble que toutes les localisations hors-plan soient observées dans des zones correspondant à une forte déformation mesurée dans le plan, mais la réciproque n'est pas vraie. Par exemple, les joints de grains 179-150 et 176-170 enregistrent une forte déformation dans le plan mais une activité hors plan modérée, et iii) Θ est également particulièrement hétérogène. Une rotation cristallographique élevée est mesurée dans le grain 170 et sur le côté droit des frontières 179-150 et 145-150. De plus, le grain 179 a commencé à se subdiviser, comme le montre une bande de faibles rotations cristallographiques, inclinée à 45° dans le grain.

Comme illustré précédemment, dans un premier temps, l'activité de glissement est identifiée à partir des mesures cinématiques après décharge élastique. Les systèmes identifiés comme activés dans A sont représentés sur la figure 3.14, où ils sont superposés aux bandes de glissement effectivement observées sur la micrographie optique de la surface déformée. Les résultats montrent que la plupart des systèmes sont correctement identifiés. Dans A , les principales erreurs peuvent être expliquées par plus de deux systèmes activés pour le même point de mesure, comme dans le grain 179 où les systèmes 3, 6, 8 et 15 montrent des bandes superposées, ou par du glissement suivant un plan $\{123\}$, comme dans le grain 145.

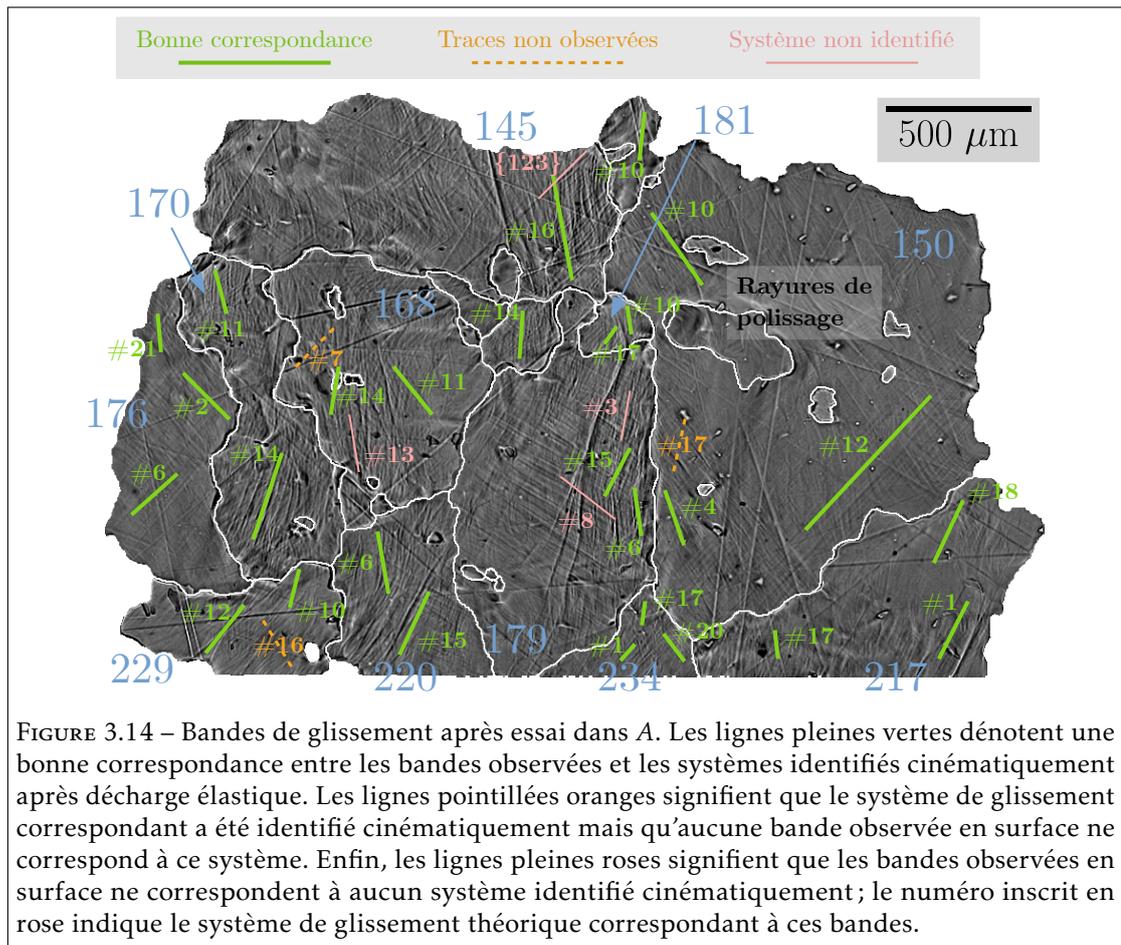
Dans un second temps, les systèmes de glissement identifiés après décharge élastique sont introduits dans la représentation rsl de l'activité de glissement pendant la transition élastique-plastique, similairement à ce qui a été présenté dans le cas d'un grain exemple. À noter que seuls les systèmes qui contribuent le plus aux localisations de déformation mesurées dans A sont affichés, afin que les différentes teintes puissent être distinguées, sans toutefois altérer la cinématique mesurée. Les résultats sont présentés dans la figure 3.15; ils sont accompagnés des champs ϵ_{vm} correspondants. À $E_x = 0,05\%$ (figure 3.15a), avant la plastification macroscopique, une première localisation de déformation est mesurée près du joint 179-150, comme déjà mis en évidence dans la figure 3.5a. Elle correspond à l'activation du système 15 dans le grain 179. Aucune autre activité plastique n'est observée dans A . À $E_x = 0,06\%$ (figure 3.15b), correspondant au début de la plastification macroscopique, l'activité plastique du joint 179-150 s'est étendue vers la gauche à l'intérieur du grain 179, et vers le haut à travers le grain 181 (système 17), jusqu'au joint 145-150 (le glissement se produit très probablement sur le plan $\{123\}$, c'est pourquoi aucune activité plastique n'est observée sur la représentation rsl correspondante). En parallèle, du glissement se produit autour de la jonction triple 176-170-229, suivant les systèmes 6 (grain 176), 14 (grain 170) et 10 (grain 229). À $E_x = 0,08\%$ (figure 3.15c), le système 6 émerge dans le grain 179 et prend progressivement le dessus sur le système 15, activé précédemment (figure 3.15d correspondant à $E_x = 0,15\%$). Cela déclenche l'activation de plusieurs systèmes de glissement dans les grains voisins : le système 17 dans les grains 150 (de l'autre côté de la frontière) et 234 (vers le bas), le système 10 dans le grain 181 et le système 16 dans le grain



145 (vers le haut). Similairement, de nouveaux systèmes de glissement ont aussi émergé autour de la jonction triple 176-170-229 (figure 3.15c, activations du système 2 dans le grain 176, 11 dans le grain 170 et 16 dans le grain 229), ce qui a également modifié l'activité de glissement dans les grains 168 et 220 (figure 3.15d). Enfin, entre $E_x = 0,15\%$ et $E_x = 0,22\%$ (figure 3.15e), les systèmes de glissement actifs sont conservés et les valeurs de déformation ont augmenté de manière significative autour des joints 179-150, 176-170, 170-168 et des jonctions triples 179-150-234, 176-170-229 et 229-220-170. Ces localisations de déformation semblent correspondre à des zones réduites où un grand nombre de systèmes de glissement sont activés simultanément.

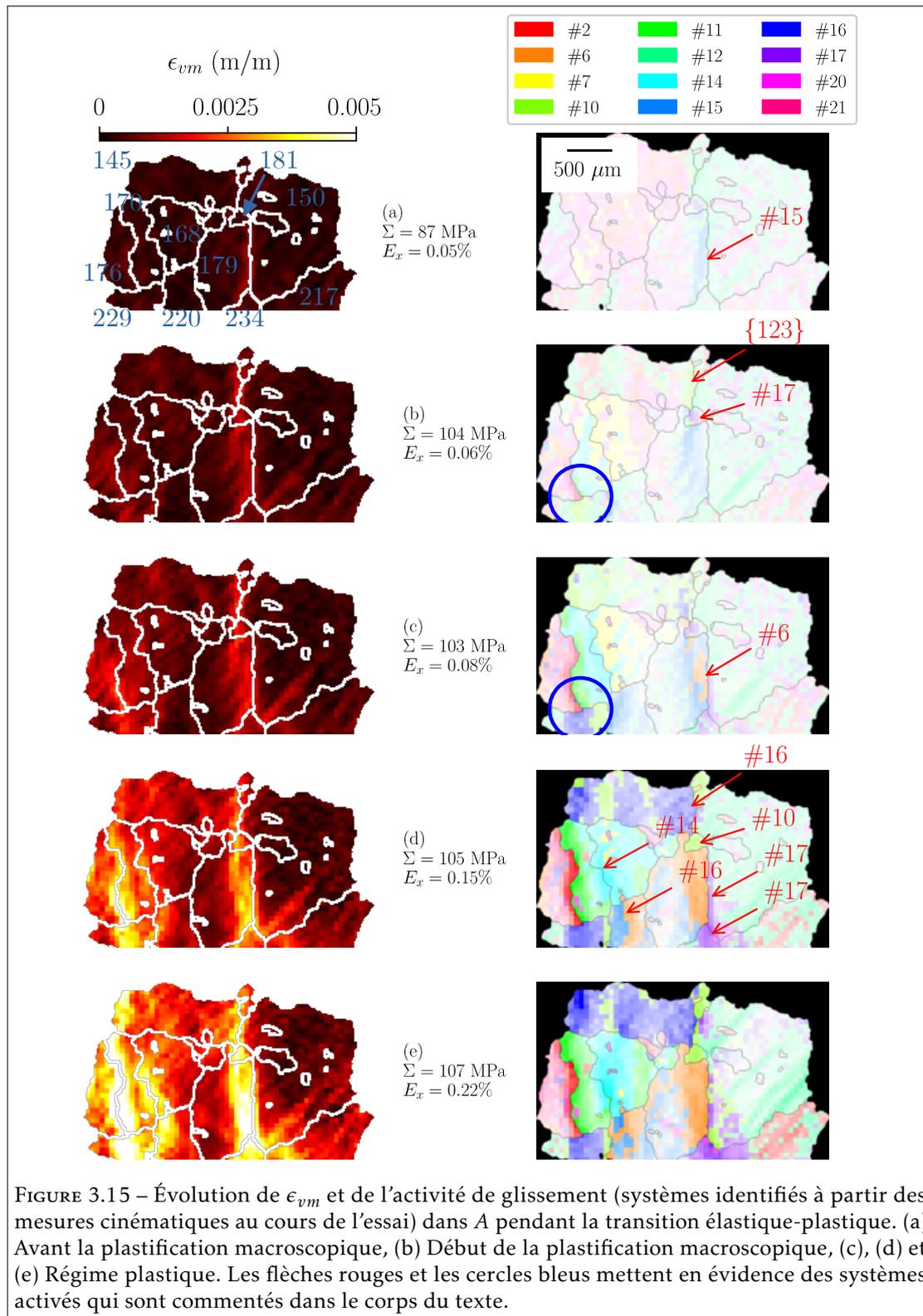
3.2.6 Discussions

Ces observations suggèrent que le développement de la structure plastique résulte de la propagation du glissement et de la dynamique résultant des systèmes de glissement interagissant les uns avec les autres. Les premiers systèmes de glissement à s'activer vont se propager jusqu'aux frontières proches où ils sont susceptibles de déclencher l'activation d'autres systèmes, comme décrit dans [DGd15]. Ceci est particulièrement observé autour des jonctions triples, comme rapporté dans [Cha+21]. Avec l'émergence de nouveaux systèmes, l'état de contrainte local est



modifié, ce qui pourrait expliquer pourquoi les premiers systèmes de glissement sont parfois remplacés par la suite par d'autres systèmes plus récemment activés. Après un certain niveau de déformation, la cinématique se stabilise et la déformation plastique est assurée par les systèmes de glissement encore actifs. La rotation cristallographique et les mouvements hors-plan (sur les surfaces libres) peuvent aider à atteindre cet équilibre, comme l'illustre le grain 170 sur les figures 3.13c et 3.13d. La déformation plastique va alors s'accumuler aux endroits regroupant plusieurs systèmes de glissement actifs. Cela correspond principalement aux jonctions triples et plus généralement aux joints de grains, comme observé dans le paragraphe 3.2.2. En effet, il a déjà été énoncé que les contraintes internes y sont les plus élevées [Hay+19] et que davantage de systèmes sont activés pour accommoder la déformation [DG+20; Pok+15].

Cependant, il est rappelé que tous les joints de grains ne localisent pas la déformation plastique, et, au contraire, une grande dispersion a été observée, à travers notamment certaines frontières qui se sont déformées quasi-élastiquement. Afin d'expliquer ces différences, il faudrait prendre en compte i) le comportement des dislocations à l'encontre d'un joint de grains (transmission totale ou partielle, absorption). Il s'agit d'un sujet de recherche à part entière [Bay+16]; Patriarca et. al. ont notamment montré que le profil de déformation à travers un joint de grains dépend de l'orientation géométrique entre le système de glissement et le joint [Pat+13]. De plus, il



faudrait également intégrer ii) les interactions entre les dislocations, qui impactent directement le comportement micro/mésoscopique [PCG17]. L'essai présenté ici, dont la résolution spatiale est au moins un ordre de grandeur supérieure à l'échelle des dislocations, ne permet pas d'étudier ces problématiques.

Ces analyses complètent également les corrélations mesurées à l'échelle des grains. Il a été prouvé que les hétérogénéités de déformation mesurées à la fin de l'essai dépendent en partie des premiers systèmes de glissement à s'activer, puisque ces derniers affectent la cinématique ultérieure. Cela explique l'influence (faible) du facteur de Schmid maximum sur la déformation moyenne par grain, qui a été mesurée par l'approche statistique faite à l'échelle des grains. De plus, le rôle de l'environnement des grains sur les hétérogénéités de déformation est précisé : la cinématique dans un grain est impactée par les systèmes de glissement provenant des grains voisins et agissant sur ses frontières. Par exemple, Musinski et al. ont mesuré le transfert des contraintes de cisaillement résolues depuis les grains qui présentent une plasticité plus élevée vers les grains environnants à faible activité plastique [Mus+21]. Ces interactions ne peuvent effectivement pas être capturées par la désorientation intergranulaire moyenne, ni probablement par aucun autre paramètre granulaire. Elles viennent a priori s'ajouter aux contraintes induites précédemment par l'anisotropie élastique des cristaux, dans le régime élastique, tel que suggéré par la (faible) corrélation entre la déformation moyenne par grain et le module élastique directionnel. Pour finir, il convient de rappeler que l'ensemble de ces interactions s'opèrent non seulement avec les grains de part et d'autre en surface, mais également avec ceux (inconnus) sous la surface de l'éprouvette.

Bilan de l'essai

Une éprouvette de fer pur recristallisée, dotée d'une microstructure monophasée ferritique et à gros grains, a été déformée en traction monotone, sous conditions quasi-statiques, jusqu'à 2 % de déformation appliquée. La déformation locale a été mesurée précisément avec une résolution spatiale inférieure à la taille moyenne des grains. Grâce à l'orientation cristallographique locale mesurée par EBSD et à l'identification des systèmes de glissement activés, et à travers une stratégie multi-échelle, les hétérogénéités et les localisations de déformation ont été analysées au cours de l'essai. Dans un premier temps, à partir de la plastification macroscopique, les hétérogénéités de déformation dessinent une structure plastique dont l'échelle est supérieure à la taille des grains. Cette structure se forme en fonction de l'orientation cristallographique initiale des grains et surtout en fonction des interactions entre les grains. Aucune corrélation spatiale n'a été trouvée avec la taille des grains mais une faible corrélation a été mesurée avec le facteur de Schmid maximum (activation du glissement) et le module élastique directionnel (anisotropie élastique). De plus, il a été conclu que l'effet de l'environnement ne peut pas être capturé par un paramètre granulaire, car il est expliqué par les perturbations induites par les systèmes de glissement activés dans les grains voisins. De surcroît, comme dans toute étude surfacique, la microstructure sous-jacente dans le volume, qui joue un rôle majeur dans les hétérogénéités mesurées en surface, n'est pas connue, ce qui affecte les corrélations mesurées. Dans un deuxième temps, la déformation s'accumule près des joints de grains et en particulier des jonctions triples, à l'intérieur de la structure plastique initialement formée. Cette accumulation locale résulte en d'intenses localisations plastiques, qui sont le fruit de l'activité simultanée de plusieurs systèmes de glissement en un endroit restreint.

Étude des hétérogénéités de déformation en traction monotone dans le constituant perlitique

En écho au chapitre précédent, les hétérogénéités et localisations de déformation du constituant perlitique, plus complexe que la ferrite pro-eutectoïde, sont étudiés. Tout d'abord, une revue de la littérature sur les mécanismes de déformation de la perlite est proposée. Ensuite, un essai de traction monotone est réalisé sur une éprouvette d'acier type XC72, élaborée avec le simulateur thermomécanique Gleeble dans le chapitre 1. Les résultats sont analysés au regard de ceux de l'essai sur le fer pur recristallisé.

4.1 Mécanismes de déformation du constituant perlitique : état de l'art

Le constituant perlitique, de par sa microstructure biphasée constituée de lamelles alternées de ferrite eutectoïde et de cémentite eutectoïde, offre une bonne résistance, un écrouissage important et une ductilité appréciable. En conséquence, ses mécanismes de déformation en traction monotone ont fait l'objet de nombreuses études expérimentales, comprenant notamment des observations sous MEB et Microscope Électronique à Transmission (MET) [DBT88; Izo+07; MS70; Lan77; PB79; Tor04; Tor+14], éventuellement au cours d'essais in-situ [Li+03; MKS20; PES78; Sid+15; Yah13; Zha+18c] instrumentés avec des mesures de champs cinématiques [Tan+14; Tes+17; YKW21], et également des essais in-situ sous diffraction de neutrons [DP02; Shi+06; Wan+17] et diffraction synchrotron de rayons X [Gad+20]. Les observations correspondantes sont synthétisées dans cette section.

Dans le domaine élastique macroscopique, la contrainte moyenne dans la phase ferritique (eutectoïde), mesurée par diffraction de neutrons in-situ ou diffraction synchrotron de rayons X, est égale à la contrainte moyenne dans la cémentite (eutectoïde). À partir de la transition élastique-plastique macroscopique, la contrainte moyenne dans la cémentite augmente alors que celle dans la ferrite stagne, voire diminue [DP02; Shi+06; Wan+17; Gad+20]. Après décharge élastique, d'importantes contraintes résiduelles de traction sont mesurées dans la cémentite; elles

sont équilibrées par des contraintes résiduelles de compression dans la ferrite [Shi+06; Wan+17; Yah13]. Ces mesures indiquent, d'une part, que la plastification macroscopique est contrôlée par le commencement de la plasticité dans la ferrite, et d'autre part, que l'écoulement plastique de la ferrite entraîne la redistribution hétérogène de la contrainte locale, qui est transférée de la ferrite vers la cémentite. Ce transfert de charge, qui ne dépend pas de l'espacement interlamellaire, est responsable de l'écroutissage macroscopique du matériau. Les travaux de modélisation d'Izotov et de Allain et Bouaziz confirment que le coefficient d'écroutissage ne dépend pas de l'espacement interlamellaire [Izo+07; AB08].

Le transfert de charge de la ferrite vers la cémentite lors de la plastification du matériau est expliqué en termes de dislocations par les observations in-situ. En effet, l'écoulement plastique de la ferrite est précédé par la génération de dislocations aux interfaces entre la ferrite et la cémentite, où la contrainte est localement plus importante [DBT88; Izo+07; Li+03]. Avec l'augmentation du chargement, ces dislocations se déplacent, par glissement, dans la ferrite, génèrent de nouvelles dislocations, viennent s'empiler sur les lamelles de cémentite et alimentent la génération de dislocations de part et d'autre, qui viendront également s'empiler au niveau des interfaces. Les empilements de dislocations résultant exercent alors des contraintes locales très importantes sur les lamelles de cémentite. La figure 4.1a illustre une structure typique de dislocations. Par ailleurs, Yahiaoui a observé que le glissement se produisait dans le même plan à l'intérieur d'une colonie [Yah13]. Ce plan correspond généralement au système de glissement où la contrainte de cisaillement est la plus élevée, i.e. à $\pm 45^\circ$ avec la direction de traction. Ainsi, le glissement finit par produire des bandes de cisaillement locales et intenses, principalement orientées à $\pm 45^\circ$, qui traversent la colonie [Tes+17; Yah13; Zha+18c; Izo+07]. Un exemple de bande de cisaillements est donné sur la figure 4.1b.

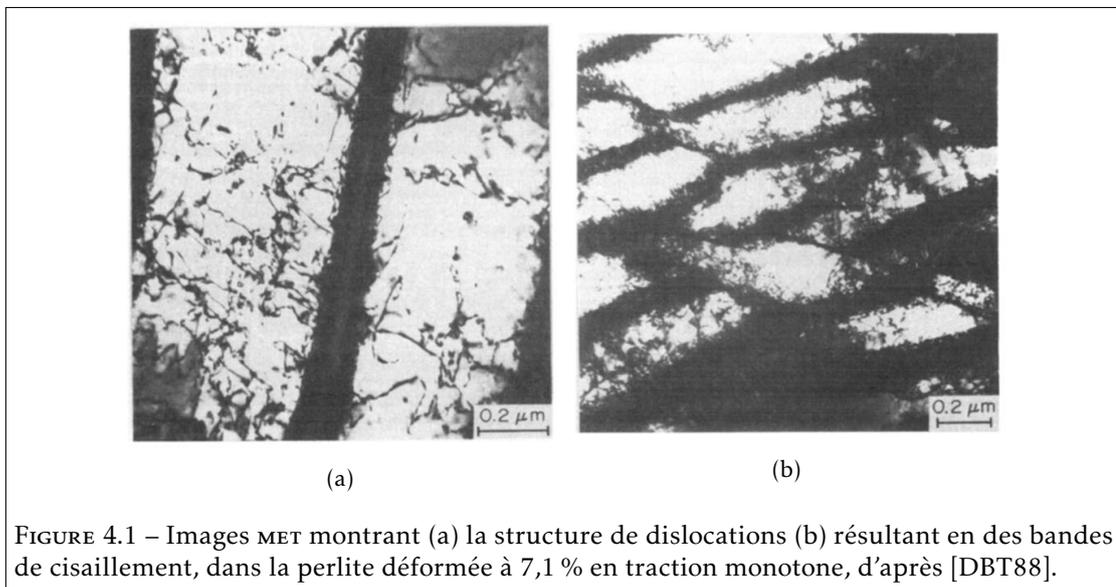
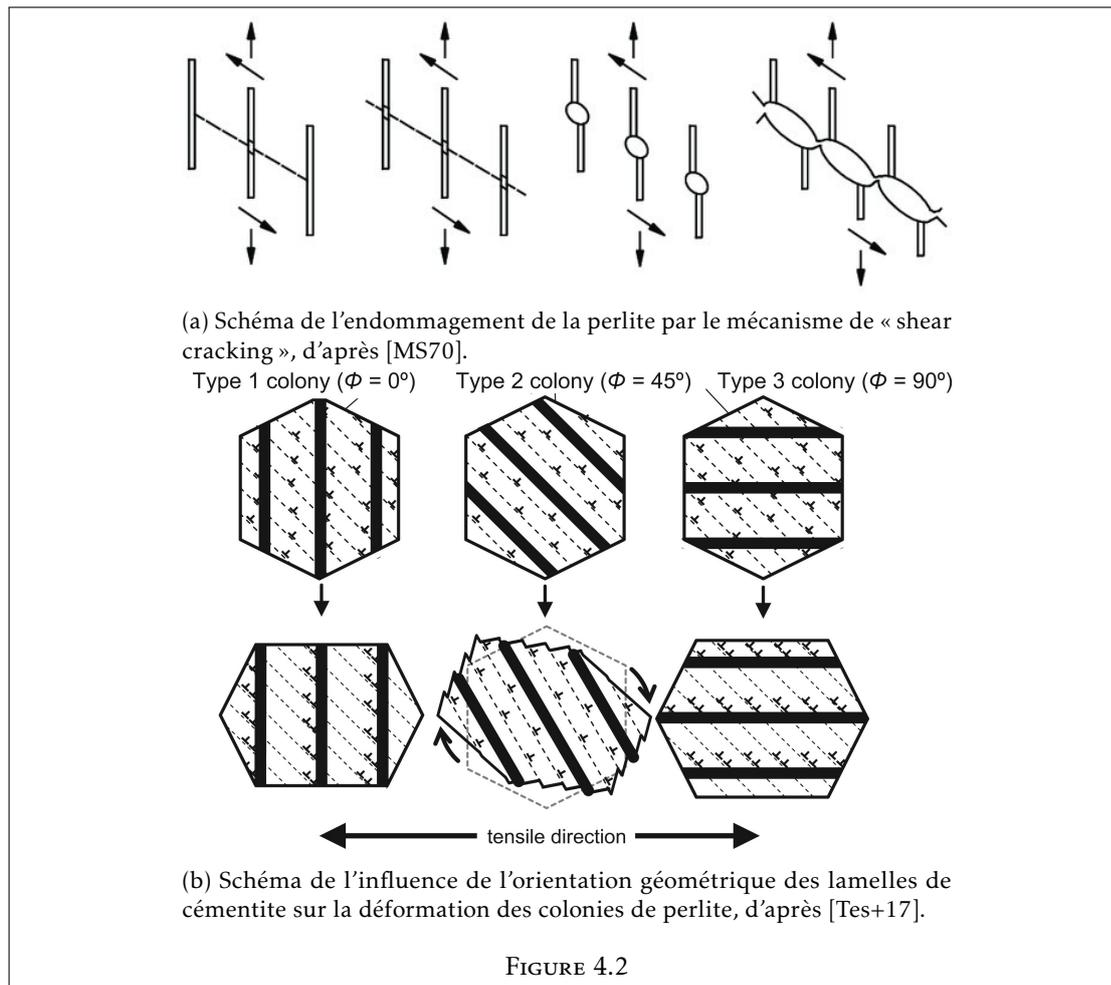


FIGURE 4.1 – Images MET montrant (a) la structure de dislocations (b) résultant en des bandes de cisaillement, dans la perlite déformée à 7,1 % en traction monotone, d'après [DBT88].

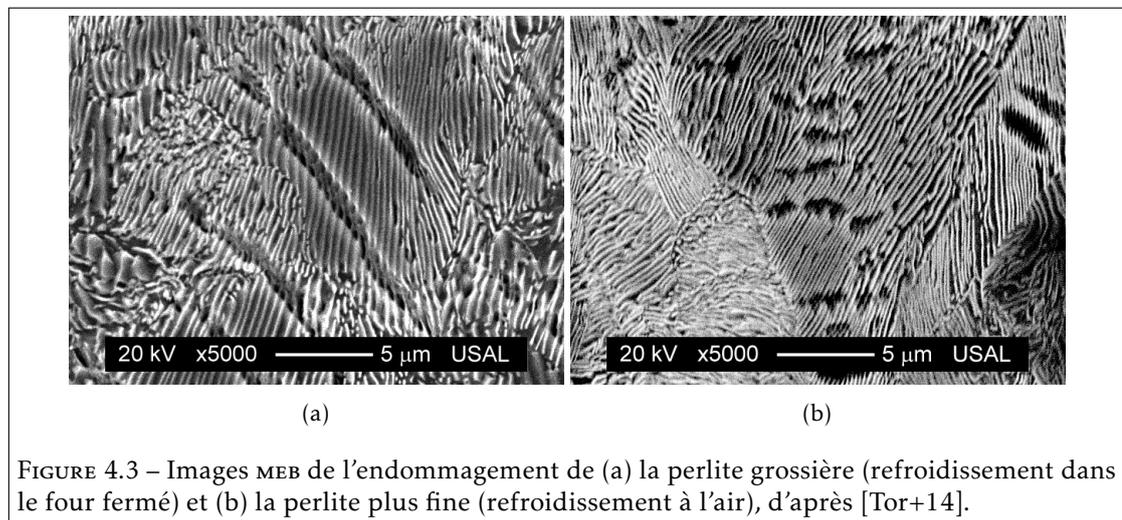
Ces observations rejoignent le modèle pionnier d'endommagement de la perlite par le mécanisme de « shear cracking » (fissuration par cisaillement) [MS70]. En 1970, Miller et Smith avaient déjà proposé que la déformation plastique a lieu préférentiellement dans la ferrite



suivant un même plan, entraînant l'empilement des dislocations à l'interface ferrite/cémentite, créant une concentration de contraintes, l'apparition de microfissures au niveau des lamelles de cémentite, et in fine la formation d'une fissure par coalescence (figure 4.2a). Des microfissures ont effectivement été observées au niveau des bandes de cisaillement, après fragmentation des lamelles de cémentite, transfert de charge inverse de la cémentite vers la ferrite et déchirement de la matrice ferritique [Izo+07; MKS20; Tor+14; Yah13]. De plus, les fissures sont observées principalement dans des colonies où les lamelles de cémentite sont orientées parallèlement à la direction de traction [DBT88; MS70; Tes+17; Tor+14; Yah13]. En effet, dans les colonies où les lamelles de cémentite sont inclinées à $\pm 45^\circ$, le glissement est parallèle aux lamelles; en conséquence, la matrice ferritique peut se déformer plus librement, les dislocations ne s'empilent pas aux interfaces et la contrainte résultante sur les lamelles est moindre [PES78; Sid+15; Tes+17; Tor04]. Ces différences sont illustrées sur la figure 4.2b. Les essais in-situ instrumentés avec des mesures de champs cinématiques ont confirmé que la déformation moyenne était plus importante dans ces colonies [Tan+14; Tes+17; YKW21]; cette déformation a par ailleurs tendance à s'accompagner d'une rotation de la colonie vers l'axe de traction. Cependant, Teshima et al. n'expliquent pas pourquoi les fissures ne sont pas observées dans les colonies où les lamelles sont

perpendiculaires à l'axe de traction. Porter suggère que des contraintes de compression se développent dans les lamelles de cémentite orientées perpendiculairement pendant la déformation de la matrice ferritique [PES78].

En parallèle, l'influence de l'espacement interlamellaire (et de l'épaisseur des lamelles de cémentite) sur les mécanismes de déformation de la perlite a été étudiée à de nombreuses reprises. Lorsque la distance interlamellaire diminue, la perlite se déforme de manière plus homogène [MS70; Lan77; PES78; Izo+07]. Porter et Izotov expliquent ce résultat par une répartition plus uniforme des dislocations dans la matrice ferritique lorsque les lamelles sont plus resserrées, ce qui limite les empilements de dislocations et les fortes contraintes locales résultantes. De plus, la diminution de la distance interlamellaire s'accompagne généralement de la diminution de l'épaisseur des lamelles de cémentite, ce qui augmente leur déformabilité. En effet, lorsque la contrainte est suffisamment importante, la cémentite peut se déformer plastiquement [Izo+07; Lan77; Li+03; PES78; Wan+17; Yah13; Zha+18c]. Cette déformation est caractérisée par un fléchissement des lamelles perpendiculaires à la direction de chargement, et un allongement et un affinement des lamelles parallèles. Dans ce dernier cas, l'affinement résulte en une rupture ductile des lamelles [Li+03; PES78; Yah13], ce qui retarde l'endommagement. Toribio et al. ont alors observé de nombreuses microfissures de petite taille près de la surface de rupture [Tor+14]. Dans ce cas, la rupture semble être contrôlée par la connexion de ces microfissures et la propagation de la fissure connectée à travers la microstructure, [KB86b] davantage que par l'amorçage et la coalescence des microfissures lors du mécanisme de « shear cracking » d'une perlite plus grossière (figure 4.3). Cette différence d'endommagement explique le faciès de rupture plus ductile observé lorsque la finesse de la structure perlitique augmente [Izo+07; PES78; Tor+14]. Cependant, il convient de remarquer que lorsque l'espacement interlamellaire diminue jusqu'à atteindre quelques dizaines de nanomètres, Mishra et al. ont observé la fragmentation simultanée de toutes les lamelles de la colonie, par un mécanisme de libération de l'énergie de déformation, ce qui suggère un mode d'endommagement encore modifié, similaire à celui d'un composite avec fibres longues [MKS20]. Ce mécanisme de « fiber loading » avait déjà été théorisé dans des travaux antérieurs [PES78].



À noter que ces observations supposent une structure lamellaire. Toutefois, la microstructure perlitique peut présenter une proportion non négligeable de colonies entièrement ou partiel-

lement sphéroïdisées, en fonction des conditions de transformation. Dans ce cas, Yajima et al. ont mesuré un écoulement plastique favorisé dans les colonies sphéroïdisées, expliqué par un glissement moins entravé [YKW21].

Pour finir, bien que relativement peu de travaux soient dédiés au rôle des nodules dans la déformation de la perlite, il convient de ne pas oublier cette unité microstructurale. Il a notamment été montré que la redistribution hétérogène des contraintes s'effectue également à l'échelle micrométrique des nodules, en fonction de leur prédisposition à se déformer vis-à-vis de la direction de traction [Shi+06; Wan+17]. En complément, même à l'échelle nanométrique de la structure lamellaire, le transfert de charge local de la ferrite vers la cémentite lors de la plastification semble dépendre de l'orientation cristallographique du nodule [DP02]. Enfin, des nodules de petite taille ralentissent la propagation des micro-fissures formées à l'intérieur des colonies et retardent la coalescence de ces fissures entre elles [PB79; LT86], coalescence qui est susceptible de provoquer la rupture finale du matériau.

En résumé, la littérature met clairement en évidence le rôle de l'espacement interlamellaire et des colonies (à travers l'orientation géométrique des lamelles de cémentite) dans les mécanismes de déformation et d'endommagement de la perlite. En revanche, il existe moins de données et de résultats permettant de conclure sur celui des nodules : est-ce que le nodule est à la perlite ce que le grain est à la ferrite ? Et si non, quelles sont les différences d'hétérogénéités et de localisations de déformation entre les deux constituants ? C'est l'objet de l'essai présenté dans la prochaine section.

4.2 Essai instrumenté sur une éprouvette à microstructure perlitique

La microstructure étudiée dans cette section est une microstructure élaborée avec le simulateur thermomécanique Gleeble, à l'issue de la campagne d'élaboration de microstructures perlitiques homogènes présentée dans le chapitre 1, sous-section 1.2.1. Une petite éprouvette de traction, de section réduite égale à $4.02 \times 1.37 = 5,52 \text{ mm}^2$ (géométrie donnée dans l'annexe B), a été extraite par électro-érosion d'un barreau de composition eutectoïde traité thermiquement, dont la composition détaillée est rappelée dans le tableau 1.5. Le cycle thermique appliqué est identique au cycle A du tableau 1.6 : il est composé d'un chauffage de $+3^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, d'une austénitisation à 1200°C pendant 5 min, d'un refroidissement à environ $-7^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, d'un palier à 800°C pendant 1 min, d'un refroidissement égal à $-1^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$, et enfin d'une transformation à 675°C pendant 20 min. Ce traitement permet d'obtenir la microstructure la plus grossière parmi les quatre cycles réalisés, et donc de faciliter les mesures de champs mécaniques. Comme détaillé dans le chapitre 2, la surface de l'éprouvette a été polie afin de permettre la cartographie EBSD, avant essai, d'une partie de la ROI. Ensuite, la surface a été attaquée chimiquement avec une solution de Nital 2 % afin de révéler la structure lamellaire. Six régions agrandies, choisies aléatoirement à l'intérieur de la zone EBSD, ont été caractérisées au MEB. Enfin, le mouchetis a été déposé et l'essai a été réalisé : il a consisté en une traction monotone jusqu'à environ 6 % de déformation, à température ambiante et avec une vitesse de déformation moyenne de $2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, conclue par une décharge élastique finale. Pendant l'essai, des images de la surface de l'éprouvette sont acquises avec le dispositif optique présenté dans le chapitre 2. Ces informations sont synthétisées sur la figure 4.4. Après l'essai, le mouchetis a été nettoyé au bain à ultrasons et la microstructure a été imagée à nouveau au MEB. À noter qu'il n'est pas possible de cartographier à nouveau la surface après essai par EBSD car le relief créé par l'attaque chimique empêche l'indexation de la perlite. Ainsi, contrairement à l'essai sur le fer pur recristallisé, il n'y avait pas de raison de

s'arrêter à 2 % de déformation appliquée, et il a été choisi de monter jusqu'à 6 % de déformation maximale afin d'observer l'endommagement du matériau.

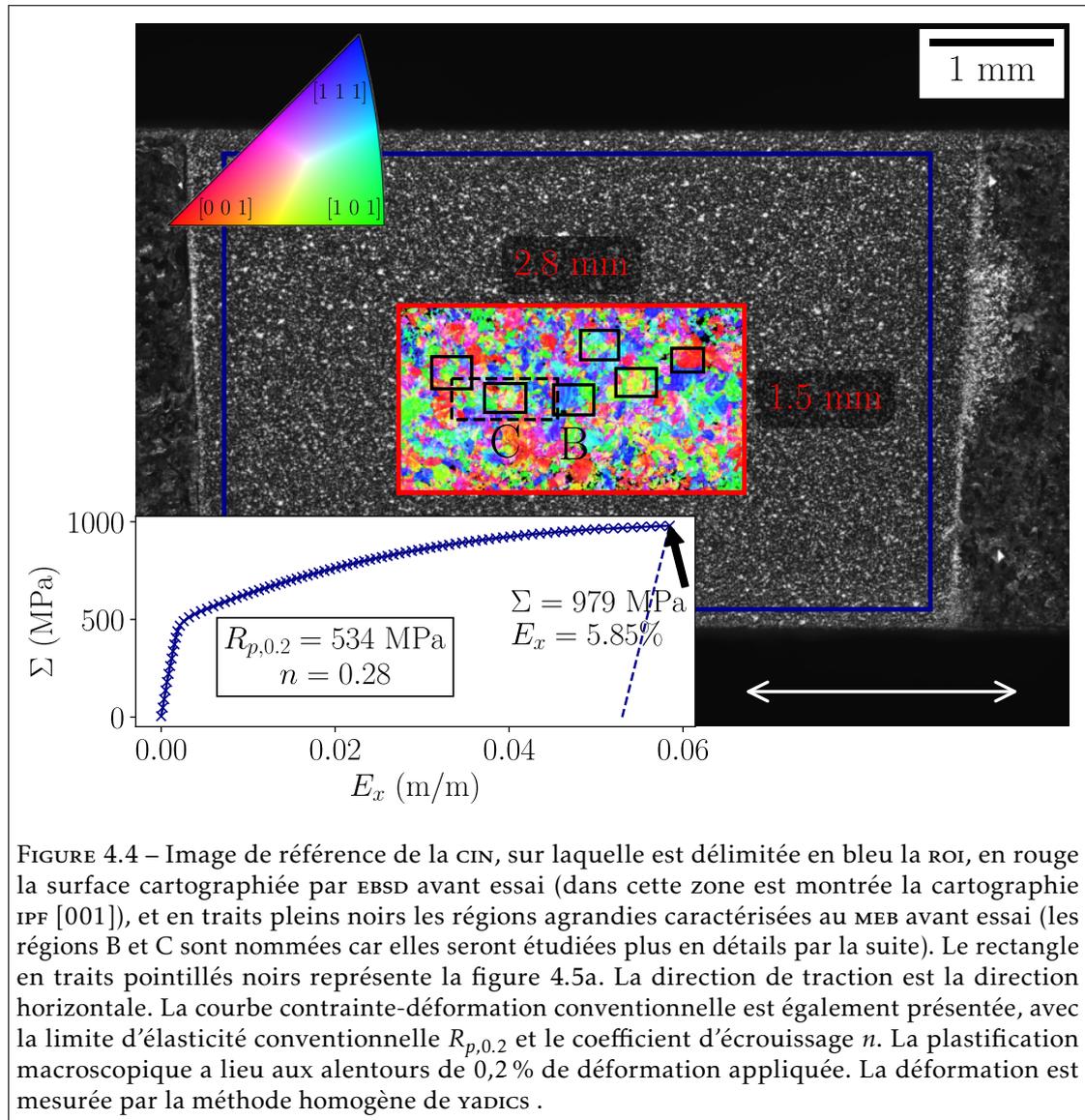


FIGURE 4.4 – Image de référence de la CIN, sur laquelle est délimitée en bleu la ROI, en rouge la surface cartographiée par EBSD avant essai (dans cette zone est montrée la cartographie IPF [001]), et en traits pleins noirs les régions agrandies caractérisées au MEB avant essai (les régions B et C sont nommées car elles seront étudiées plus en détails par la suite). Le rectangle en traits pointillés noirs représente la figure 4.5a. La direction de traction est la direction horizontale. La courbe contrainte-déformation conventionnelle est également présentée, avec la limite d'élasticité conventionnelle $R_{p,0.2}$ et le coefficient d'érouissage n . La plastification macroscopique a lieu aux alentours de 0,2 % de déformation appliquée. La déformation est mesurée par la méthode homogène de γ ADICS .

Présentation de la microstructure

La cartographie EBSD avant essai a été réalisée à grossissement X33, avec une tension d'accélération de 15 kV, une distance de travail de 20 mm et un pas de mesure de 1 μm , pendant que l'échantillon était incliné à 70°. Elle couvre environ 4,24 mm^2 , soit 20 % de la ROI. Il est donc raisonnable de la considérer représentative de la microstructure de l'ensemble de la surface. Une partie de la cartographie repositionnée dans le référentiel de la CIN est représentée sur la figure 4.5. Le réseau de désorientation et la cartographie IPF (direction [100]), montrés respectivement

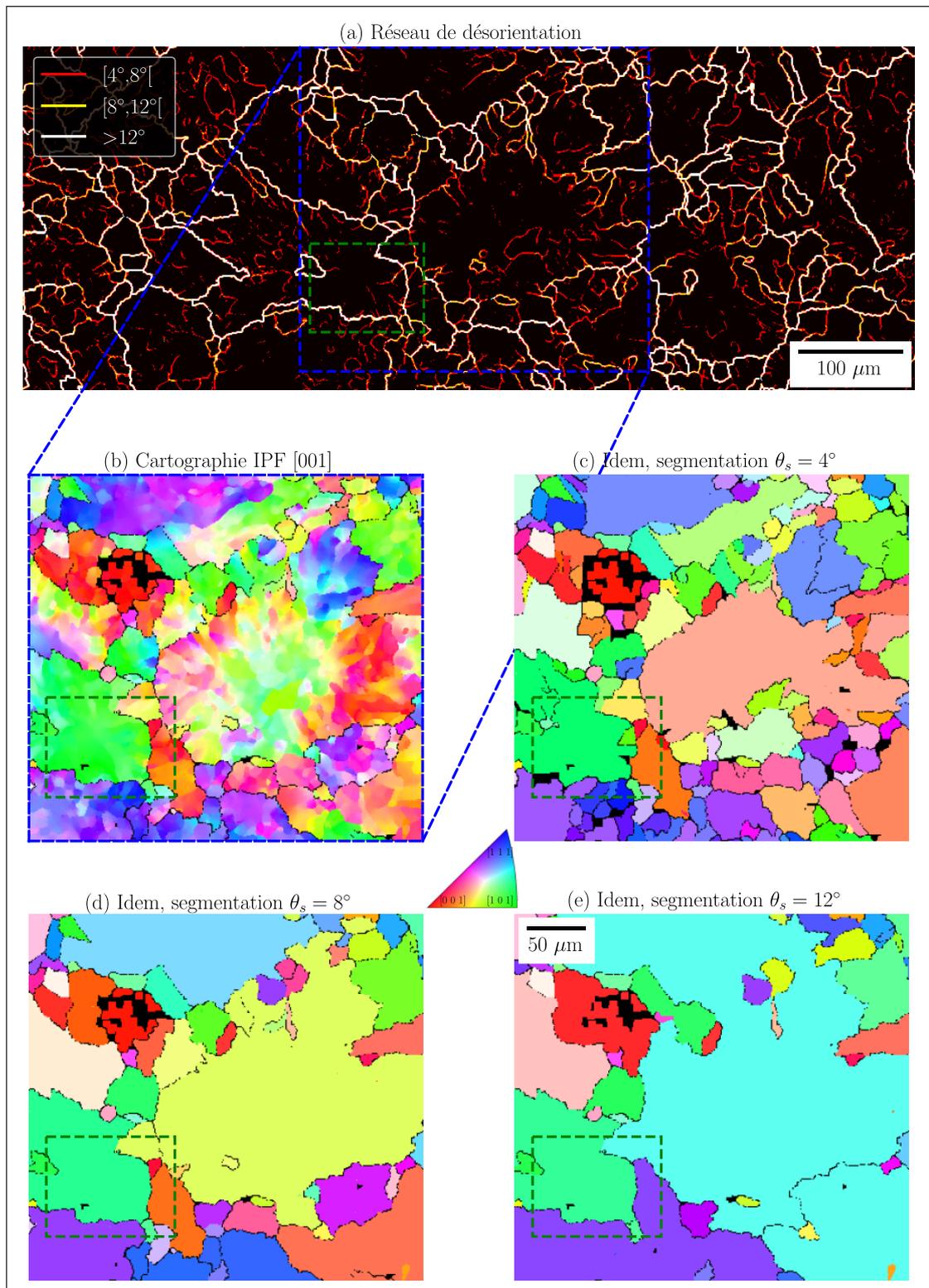
sur les figures 4.5a et 4.5b, illustrent la complexité de la microstructure perlitique : l'orientation cristallographique est susceptible de varier graduellement au sein d'un nodule, et de nombreux sous-joints à plus faible angle de désorientation sont observés.

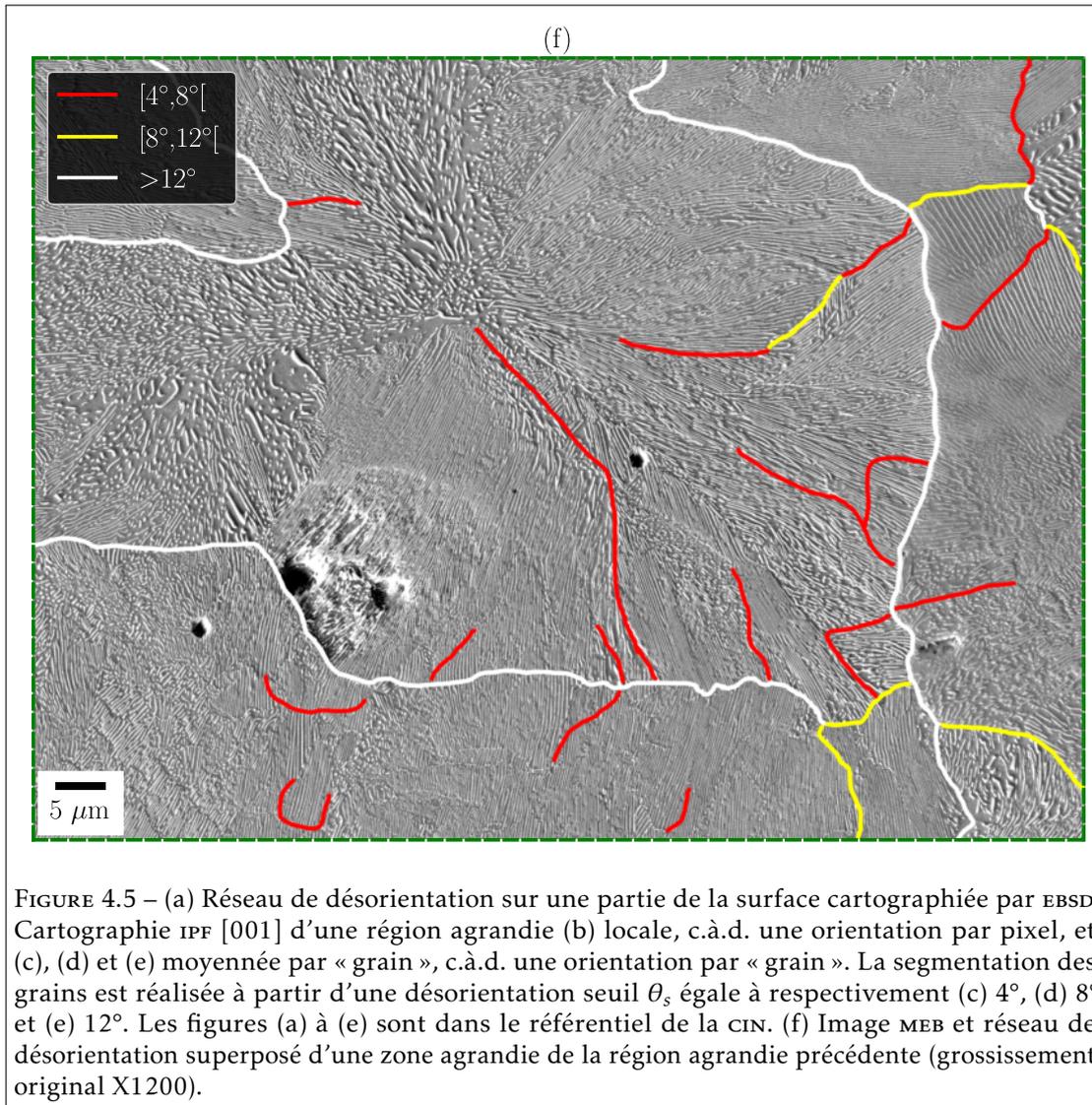
Dès lors, la segmentation de la microstructure n'est pas triviale, et il est légitime de se questionner sur la désorientation seuil θ_s entre deux « grains ». Ainsi, contrairement à la segmentation de la microstructure en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé, la morphologie, la taille et l'orientation cristallographique des « grains » segmentés dépendent très fortement de θ_s . Cette affirmation est illustrée par les figures 4.5c, 4.5d et 4.5e, qui représentent l'orientation moyenne de chaque « grain » segmenté (à travers le code couleur IPF [001]) pour $\theta_s = 4^\circ$, 8° et 12° respectivement. D'un côté, la segmentation avec $\theta_s = 4^\circ$ reflète plus fidèlement l'orientation cristallographique locale, mais la microstructure a tendance à être sur-segmentée. De l'autre, la distribution de la désorientation intergranulaire moyenne résultante de la segmentation avec $\theta_s = 12^\circ$ (non montrée ici) est plus proche de la distribution de référence d'un matériau cubique non texturé (illustrée en annexe dans la figure C.2), ce qui suggère que les « grains » segmentés avec $\theta_s = 12^\circ$ peuvent davantage être considérés comme des grains au sens conventionnel du terme, mais certaines frontières, susceptibles de faire obstacle à la déformation, sont oubliées. En parallèle, il est rappelé que, dans la littérature, la taille des nodules est caractérisée en considérant une désorientation seuil d'entre 10° et 15° [GL12; Wal+06].

En conséquence, il est proposé d'étudier la déformation plastique du constituant perlitique à travers le prisme de différentes valeurs de θ_s , telles que 4° , 8° et 12° . Le nombre total de « grains » segmentés dans la cartographie EBSD est de 5639, 2373 et 1310 respectivement, et la valeur moyenne du diamètre de Féret maximum est égale à $33\ \mu\text{m}$, $47\ \mu\text{m}$ et $62\ \mu\text{m}$ respectivement. L'augmentation de θ_s conduit notamment à une plus grande proportion de grands grains, dont le diamètre de Féret maximum est supérieur à $100\ \mu\text{m}$ typiquement. On peut s'étonner de la différence entre la taille moyenne de « grains » segmentés avec $\theta_s = 12^\circ$ ($62\ \mu\text{m}$), et la taille de nodules dans le barreau de composition eutectoïde qui a subi le cycle thermique A ($26\ \mu\text{m}$), rapportée dans le tableau 1.7. Cet écart provient probablement de la différence des grossissements utilisés pour la cartographie EBSD (X33 avec un pas de mesure de $1\ \mu\text{m}$ ici, contre X200 avec un pas de mesure de $0,25\ \mu\text{m}$ dans la sous-section 1.2.1). En effet, comme indiqué dans le chapitre 2, sous-section 2.2.3, les grains qui contiennent moins de 64 pixels sont exclus de la segmentation, ce qui signifie que les grains dont la surface est comprise entre $16\ \mu\text{m}^2$ et $61\ \mu\text{m}^2$ ont été pris en compte dans le calcul à grossissement X200, mais ne l'ont pas été dans celui à grossissement X33. Cela n'affectera pas les résultats présentés, puisque, similairement à l'étude du constituant ferritique, les grains dont la taille est inférieure à un élément de mesure ne seront pas pris en compte dans les analyses.

En ce qui concerne les métriques se rapportant à l'orientation cristallographique des « grains » vis-à-vis de la direction de sollicitation, telles que le facteur de Schmid maximum (parmi les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111\rangle$ et $\{112\}\langle 111\rangle$) et le module élastique directionnel, leur distribution ne dépend pas de θ_s et occupe l'ensemble des valeurs théoriques admissibles, à savoir entre 0.32 et 0.5 pour le facteur de Schmid maximum et entre 231 GPa et 282 GPa pour le module élastique directionnel. Comme dans l'essai précédent, les « grains » qui ont un faible facteur de Schmid maximum ont également un module élastique élevé (il s'agit des grains qui ont une direction $\langle 111\rangle$ parallèle à l'axe de traction, tel que montré sur la figure C.1).

Pour finir, la figure 4.5f présente la structure lamellaire de la microstructure perlitique à travers une image MEB enregistrée avant essai. La zone imagée correspond (approximativement) au rectangle vert en traits pointillés dessiné sur les autres sous-figures. Le réseau de désorientation





est (approximativement) superposé. Il apparaît clairement, en accord avec la littérature, que des changements d'orientation cristallographique ne se retrouvent pas forcément dans des changements d'orientation géométrique des lamelles de cémentite, et inversement, et donc que les frontières des colonies ne forment pas un réseau fermé. De plus, étant donné le décalage entre l'échelle de la structure lamellaire et celle des mesures de champs cinématiques, il est admis qu'il ne sera pas possible d'étudier statistiquement l'influence de l'espacement interlamellaire local en surface ou de l'orientation géométrique des lamelles de cémentite sur la déformation. À noter que l'espacement interlamellaire moyen a été mesuré à partir des 45 images MEB acquises avant essai, à grossissement entre X1200 et X1500. Il est égal à $212 \pm 19 \text{ nm}$, ce qui est proche de la valeur rapportée dans le tableau 1.7 pour le barreau traité avec le cycle A. Cette valeur évoque une perlite relativement grossière, qui est susceptible de s'endommager par le mécanisme de « shear cracking ».

4.2.1 Résultats de corrélation

Mesure de champs cinématiques

Le dispositif optique permettant l'acquisition d'images de la surface de l'éprouvette pendant l'essai est celui présenté dans le chapitre 2, à savoir la caméra Ximea CB500MG sur laquelle est montée l'objectif Laowa Ultra Macro 25 mm. Le grossissement et l'ouverture utilisés sont respectivement X5 et f/4. En conséquence, la taille d'un pixel est environ 920 nm, le champ de vision mesure $7.3 \times 5.5 \text{ mm}^2$ et la profondeur de champ est d'environ 100 μm . Les images ont été acquises avec une fréquence d'environ 6 FPS, soit une image tous les 4×10^{-5} incrément de déformation, en moyenne. Les champs cinématiques sont calculés avec `vardics` en utilisant une taille d'élément de 16x16 pixels et un filtre médian de taille 5. Similairement aux autres essais présentés dans ce manuscrit, des mouvements de translation rigide dans le plan $((U, V) = (209, 0))$, de l'ordre de grandeur du déplacement maximal en fin d'essai) et hors-plan (environ 60 μm) ont été réalisés avant l'essai. Après correction des distorsions optiques, la valeur moyenne et l'écart-type de la déformation équivalente de von Mises mesurée sur la roi sont égales à $269 \pm 137 \mu\text{def}$ dans le cas du mouvement dans le plan et $666 \pm 291 \mu\text{def}$ dans le cas du mouvement hors-plan. Ces valeurs rappellent la forte sensibilité aux mouvements hors-plan du dispositif.

Comportement macroscopique

La courbe contrainte-déformation macroscopique est tracée sur la figure 4.4. Elle dévoile une transition élastique-plastique progressive. La limite d'élasticité conventionnelle est calculée égale à $R_{p,0.2} = 534 \text{ MPa}$. Par la suite, l'éprouvette s'écroute très fortement, comme en témoigne le coefficient d'écroutissage évalué à $n = 0.28$, deux fois supérieur à celui de l'essai sur l'éprouvette de fer pur recristallisé. Cet écroutissage élevé est une caractéristique du constituant perlitique [TN70]. Pour rappels, les méthodes d'évaluation de $R_{p,0.2}$ et de n sont précisées dans le chapitre 2, sous-section 2.2.2.

Champs locaux de déformation

Puisque la microstructure n'est connue finement que dans la région cartographiée par EBSD, il convient de s'intéresser aux champs locaux de déformation dans cette région, à condition que la cinématique y soit représentative de celle sur l'ensemble de la roi. Afin de s'en assurer, les distributions de la déformation équivalente de von Mises dans la roi et dans la région cartographiée par EBSD sont tracées pour trois instants de l'essai sur la figure 4.6. Les deux régions produisent des distributions similaires au cours de l'essai. Dans les deux cas, la distribution s'élargit et développe une asymétrie positive lorsque la déformation appliquée augmente, ce qui signifie que d'importantes hétérogénéités et localisations de déformation ont bien été enregistrées par la chaîne de mesure, malgré le caractère multi-échelle du constituant perlitique. À la fin de l'essai, la région cartographiée par EBSD semble avoir concentré légèrement plus de déformation, mais aucune différence d'agencement spatial des localisations n'est visible sur le champ local. En conclusion, il peut être affirmé sans risque que la cinématique dans la région cartographiée par EBSD est représentative de celle sur l'ensemble de la roi.

Dans le domaine élastique macroscopique, jusqu'à presque 0,2 % de déformation appliquée (qui correspond approximativement à la plastification macroscopique), le champ de déformation équivalente de von Mises dans la région cartographiée par EBSD (non montré ici) est dominé par le bruit de mesure, similairement à celui de l'essai sur l'éprouvette de fer pur recristallisé.

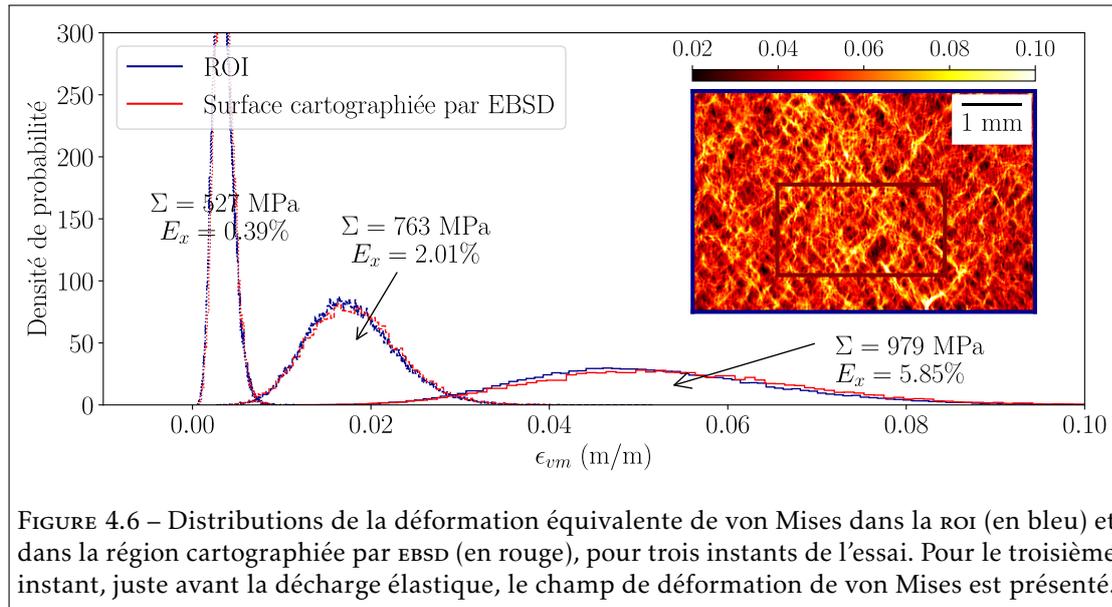
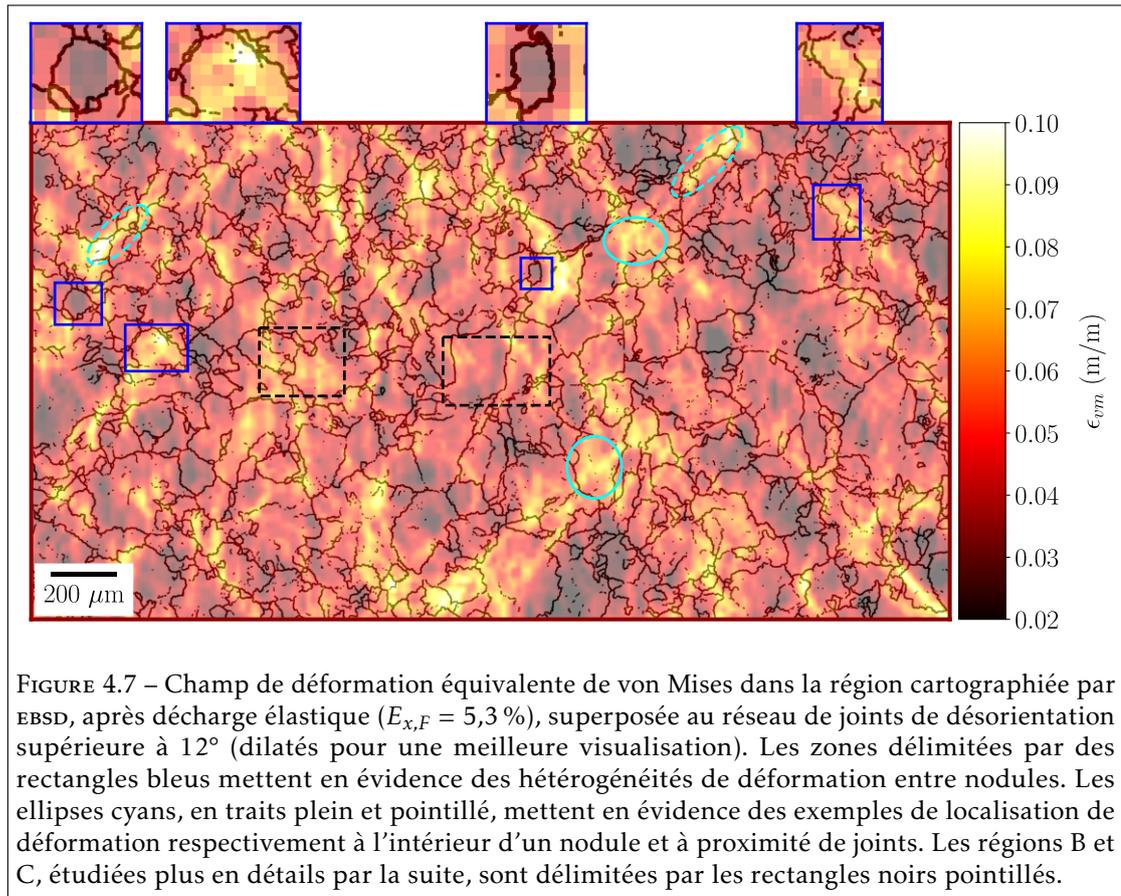


FIGURE 4.6 – Distributions de la déformation équivalente de von Mises dans la ROI (en bleu) et dans la région cartographiée par EBSD (en rouge), pour trois instants de l'essai. Pour le troisième instant, juste avant la décharge élastique, le champ de déformation de von Mises est présenté.

Cependant, dans cet essai, les localisations de déformation apparaissent rapidement lors de la transition élastique-plastique (non montrée également), et il n'est pas évident de distinguer la phase d'accumulation de la déformation de celle préalable du développement de la structure plastique. Plusieurs raisons peuvent être avancées : i) la microstructure de l'éprouvette de fer pur recristallisé présentait des grains millimétriques, ce qui retarde le moment où les systèmes de glissement activés atteignent les joints de grains, et donc étend le domaine de développement de la structure plastique, ii) la redistribution des contraintes à l'échelle des lamelles entre la ferrite et la cémentite localise immédiatement la déformation, et iii) la précision de la mesure de déformation est moins bonne avec le dispositif optique utilisé dans cet essai.

Avec l'augmentation de la sollicitation appliquée, la déformation s'accumule aux endroits où ont été mesurées les premières localisations et l'organisation spatiale de la déformation plastique est préservée jusqu'à la fin de l'essai, et après la décharge élastique. La figure 4.7 présente le champ de déformation de von Mises, après la décharge élastique, où la déformation macroscopique $E_{x,F}$ est égale à 5,3 %. La déformation est superposée au réseau de joints dont la désorientation est supérieure à 12° , i.e. au réseau de joints de nodules. Il apparaît immédiatement que, malgré l'échelle nanométrique de la structure lamellaire du constituant perlitique, la chaîne de mesure enregistre des hétérogénéités de déformation relativement importantes (entre 0,5 et 2 fois la déformation moyenne). De plus, l'échelle de ces hétérogénéités est proche de celle des nodules. Cette affirmation est illustrée par les rectangles bleus dans la figure 4.7, qui mettent en évidence des hétérogénéités de déformation entre nodules. Ce résultat suggère que les nodules perlitiques influencent la déformation locale du matériau, de manière analogue au rôle des grains dans une microstructure ferritique. Cependant, contrairement à l'essai sur l'éprouvette de fer pur recristallisé présenté précédemment, la déformation ne semble pas davantage localisée à proximité des joints (de désorientation supérieure à 12° , du moins), et de nombreuses localisations sont également observées à l'intérieur des nodules ; deux d'entre elles sont notamment mises en évidence par des ellipses cyans en trait plein dans la figure 4.7. Cette différence entre la déformation des grains ferritiques et celles des nodules perlitiques provient a



priori du caractère multi-échelle de la perlite. En particulier, il est probable, d'après la littérature, que les hétérogénéités de déformation mesurées soient également influencées par la structure lamellaire du constituant perlitique, dont l'échelle est nanométrique, c'est-à-dire un ordre de grandeur inférieure à la résolution spatiale de mesure.

4.2.2 Observations de la surface déformée

Afin d'analyser plus finement les localisations de déformation, la structure lamellaire doit être prise en compte. C'est pour cette raison que plusieurs régions agrandies de la zone cartographiée par EBSD ont été imagées au MEB avant et après l'essai. Parmi ces six régions, B et C ont été le théâtre de plusieurs localisations de déformation, et sont étudiées plus attentivement. Ainsi, les figures 4.8 et 4.9 présentent les micrographies, ainsi que les joints et la déformation mesurée par CIN après décharge élastique, des régions B et C respectivement. Dans la figure 4.8b, les flèches rouges mettent en évidence une discontinuité au niveau d'un joint de nodules. Cette discontinuité délimite une déformation faible, à gauche du joint, et une déformation élevée, à droite. Au niveau de la flèche supérieure, la déformation (à droite du joint) est portée par un grand nombre de bandes de glissement inclinées suivant la direction des lamelles. Ces bandes semblent s'arrêter à un changement de structure lamellaire, indiquée par la ligne en tirets, où les lamelles fines et parallèles laissent place à une structure plus grossière et chaotique. Ces bandes

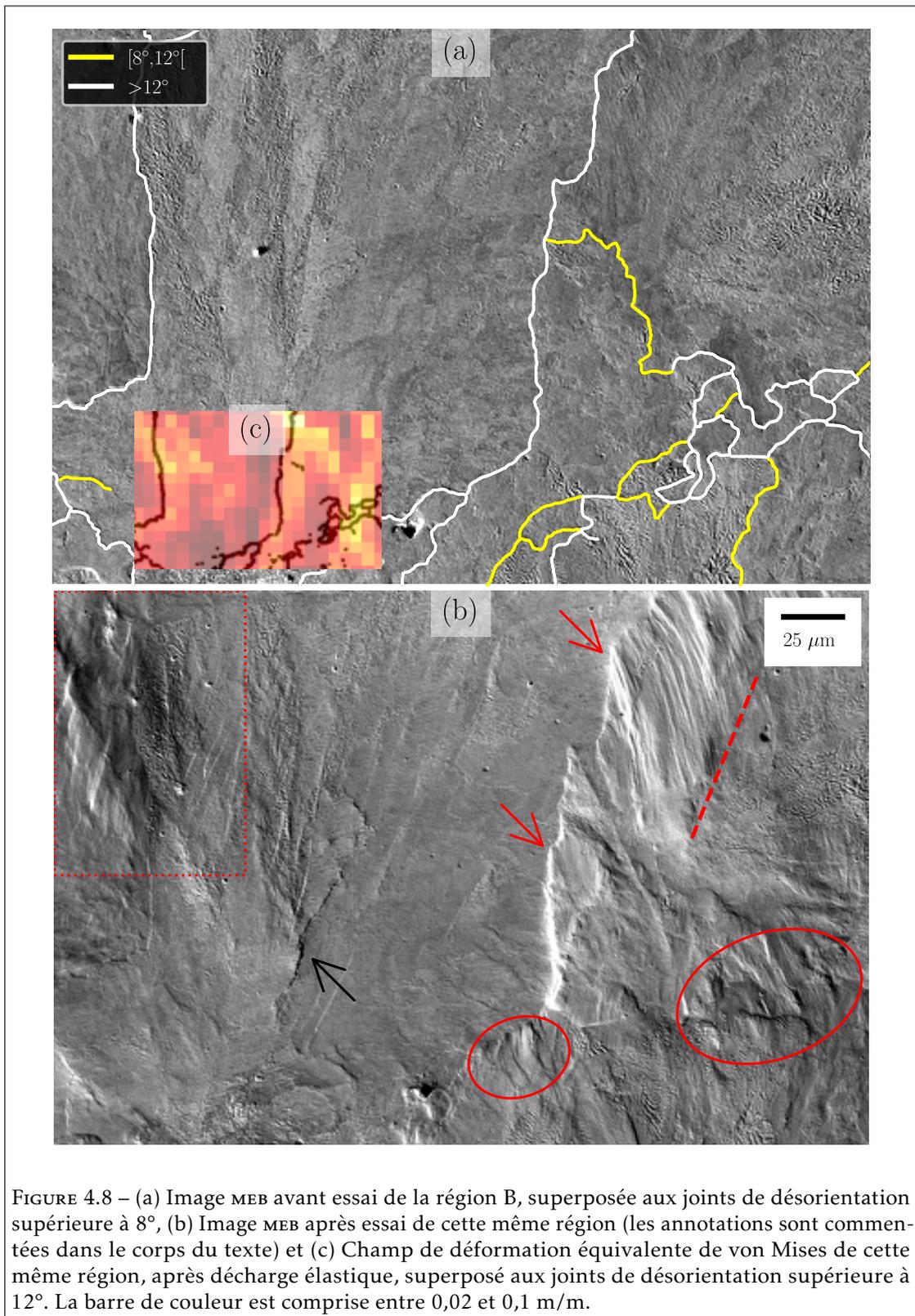
ne sont pas retrouvées au niveau de la flèche inférieure, où les lamelles sont perpendiculaires à la direction de traction. Par ailleurs, un fort contraste est également observé au niveau d'un joint de faible désorientation, repéré par la flèche noire. Ce contraste indique que des mouvements hors-plan se sont produits à cet endroit ; ils ne peuvent a priori pas être expliqués par la structure lamellaire locale, qui est similaire de chaque côté. À l'inverse, le rectangle pointillé contient un joint de nodule qui n'a pas fait obstacle à la déformation, malgré des structures lamellaires différentes de part et d'autre. L'évolution de la déformation à l'intérieur de ce rectangle (non montrée ici) indique clairement que le glissement s'est initié dans le nodule à droite du joint, ce qui a activé ensuite la plasticité dans le nodule à gauche du joint. Pour finir, les ellipses en trait plein mettent en évidence une déformation localisée à travers des bandes de glissement et de la rugosité qui s'accompagne de discontinuités aux joints de nodules.

Cette déformation localisée est retrouvée dans la figure 4.9b, à nouveau indiquée par des ellipses en trait plein. À ces endroits, de multiples bandes de glissement intenses sont observées. Ces bandes supposent une déformation hétérogène, à l'intérieur même des colonies. La résolution spatiale de mesure de la CIN est insuffisante pour résoudre ces fines hétérogénéités. À noter que ces deux zones, délimitées par des ellipses, présentent des structures lamellaires différentes (lamelles longilignes et parallèles en haut à gauche, structure chaotique au centre), et que les lamelles de cémentite ne semblent pas, ou très peu, s'être déformées plastiquement, ce qui est en accord avec la littérature dans le cas d'une perlite grossière [Izo+07 ; Lan77 ; PES78]. Par ailleurs, similairement aux observations précédentes, les flèches rouges et noire mettent en évidence une discontinuité (hors-plan) aux joints de nodules et à un joint faiblement désorienté. Enfin, le rectangle pointillé contient à nouveau un joint de nodules qui n'a pas fait obstacle à la déformation.

En complément des régions agrandies, imagées avant essai, plusieurs zones ayant subi une déformation sévère à travers la zone cartographiée par EBSD ont été imagées après la sollicitation. La figure 4.10 recense quelques micrographies. La déformation apparaît particulièrement localisée, similairement à ce qui est rapporté dans la littérature dans le cas d'une perlite grossière (exemple visualisable sur la figure 4.3a). Elle prend la forme de bandes de glissement intenses, comme déjà observé précédemment, qui sont susceptibles d'amorcer une micro-fissure. Ces bandes sont inclinées ou perpendiculaires à la direction de traction. Leur propagation est généralement arrêtée aux joints de nodules, même si dans certains cas, un changement de structure lamellaire (i.e. frontière entre deux colonies) peut constituer un obstacle. Par ailleurs, la déformation n'apparaît pas plus intense à proximité des joints de nodule qu'à l'intérieur des nodules. Cela renforce le sentiment que les joints de nodule ne constituent pas forcément des sites de plasticité privilégiés, contrairement au rôle des joints de grain dans une microstructure ferritique.

Ces observations par microscopie électronique permettent d'affirmer que non seulement la structure lamellaire de la perlite influence les hétérogénéités de déformation mesurées par le dispositif optique, mais elle résulte avant tout en des localisations de déformation à une échelle plus fine que la résolution spatiale de mesure de cet essai. Les caractéristiques de la structure lamellaire pouvant influencer la cinématique locale semblent notamment être l'espacement interlamellaire en surface, l'épaisseur des lamelles de cémentite, l'orientation géométrique et le degré de parallélisme des lamelles. Puisque les mesures cinématiques ne permettent pas de résoudre proprement ces phénomènes, qui sont bien détaillés dans la littérature dans le cas d'une perlite relativement grossière¹, ils ne seront pas étudiés davantage dans cet essai. En

1. Le glissement se produit suivant un seul plan au sein d'une colonie [Yah13], puis résulte en des bandes de cisaillement locales et intenses avec l'augmentation de la déformation appliquée [Izo+07 ; Tes+17], ce qui conduit à



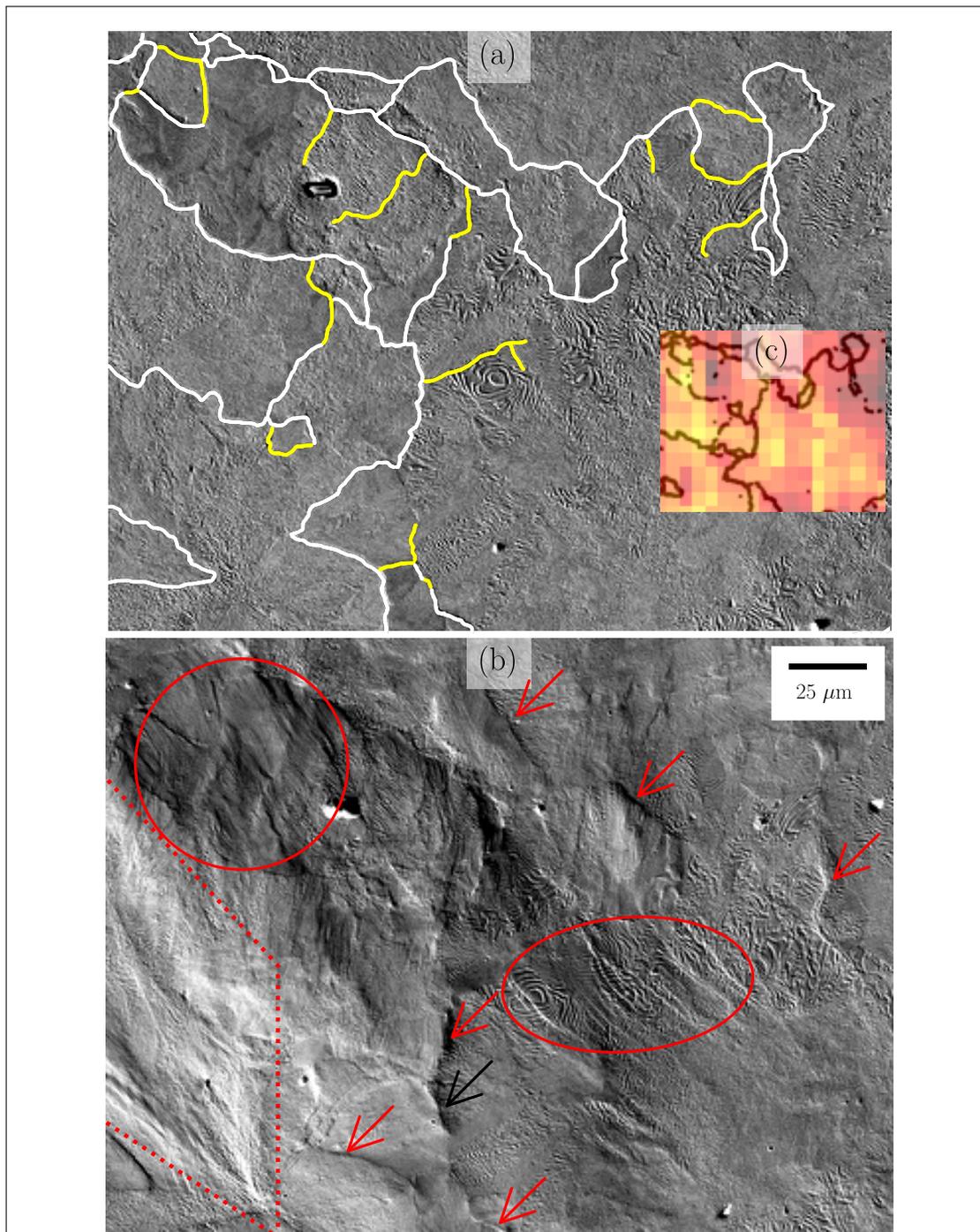


FIGURE 4.9 – (a) Image MEB avant essai de la région C, superposée aux joints de désorientation supérieure à 8° , (b) Image MEB après essai de cette même région (les annotations sont commentées dans le corps du texte) et (c) Champ de déformation équivalente de von Mises de cette même région, après décharge élastique, superposé aux joints de désorientation supérieure à 12° . La barre de couleur est comprise entre 0,02 et 0,1 m/m.

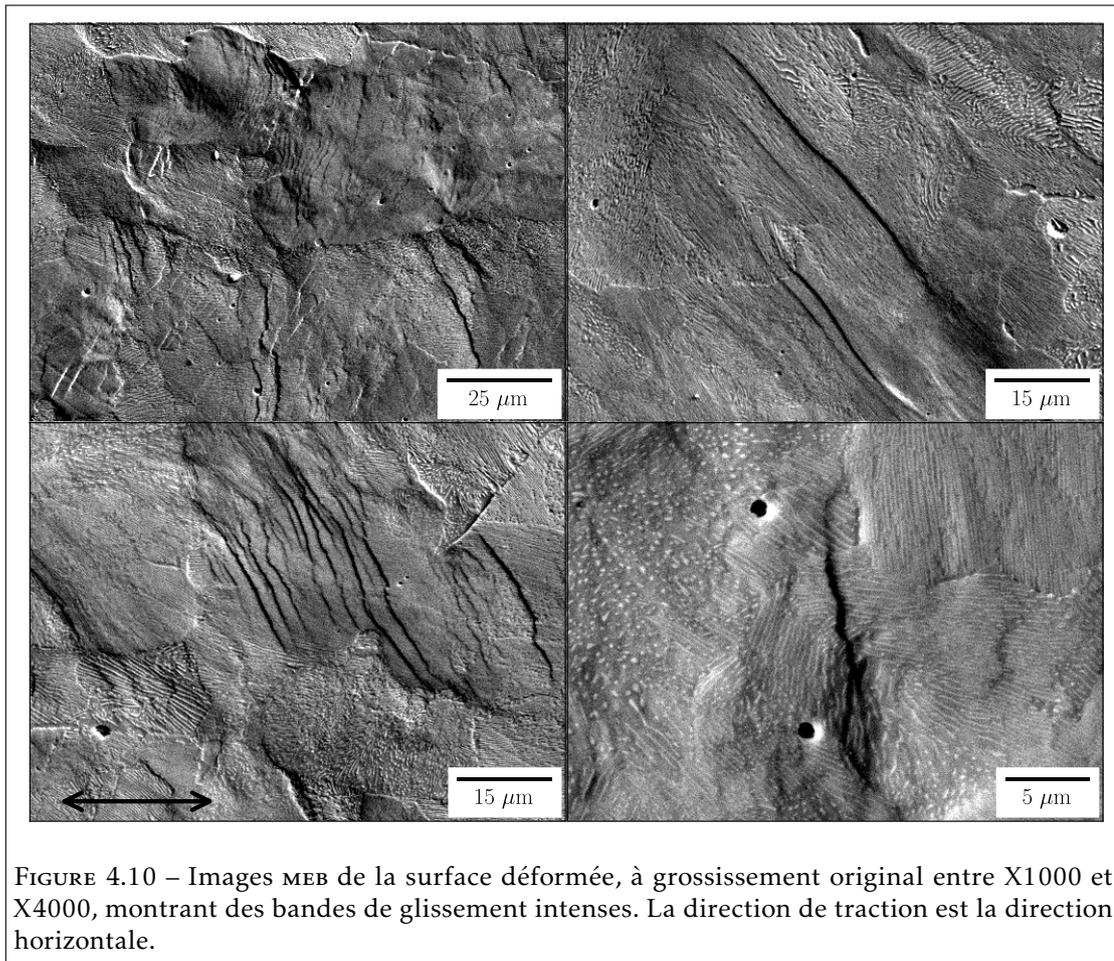


FIGURE 4.10 – Images MEB de la surface déformée, à grossissement original entre X1000 et X4000, montrant des bandes de glissement intenses. La direction de traction est la direction horizontale.

revanche, il reste possible d'étudier statistiquement les hétérogénéités qui ont été mesurées, à l'échelle de la dizaine de micromètres, similairement à ce qui a été produit dans l'étude du fer pur recristallisé.

4.2.3 Étude statistique de la déformation

Dans un premier temps, la surface cartographiée par EBSD est séparée en domaines intragranulaire et intergranulaire. Le domaine intergranulaire correspond aux joints de désorientation supérieure à 12° , préalablement dilatés afin de faire correspondre la largeur des joints à un élément de mesure (16×16 pixels). Ce domaine peut être considéré comme l'ensemble des pixels au niveau ou à proximité d'un joint de nodules. Il recouvre 29 % de la surface cartographiée par EBSD, soit presque trois fois plus que celui en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé. Cette différence ne s'explique pas par la différence de constituants (ferrite ou perlite) mais par le nombre restreint de grains en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé (242, contre 1310 dans cet essai tel que segmenté avec $\theta_s = 12^\circ$), qui s'accompagne naturellement d'une plus faible

l'endommagement de la perlite par le mécanisme de « shear cracking » [MS70], préférentiellement dans les colonies où les lamelles de cémentite sont parallèles à la direction de chargement [DBT88].

fraction surfacique de joints de grains. Comme dans le précédent essai, les quantiles $Q_{0,1}$, $Q_{0,5}$ et $Q_{0,9}$ (1^{er}, 5^{ème} et 9^{ème} déciles) des différentes composantes de déformation et rotation mesurées par CIN ont été calculés dans chaque domaine au cours de l'essai. Toutefois, dans cet essai, les résultats (non montrés ici) n'exhibent pas de différence entre les domaines intergranulaire et intragranulaire.

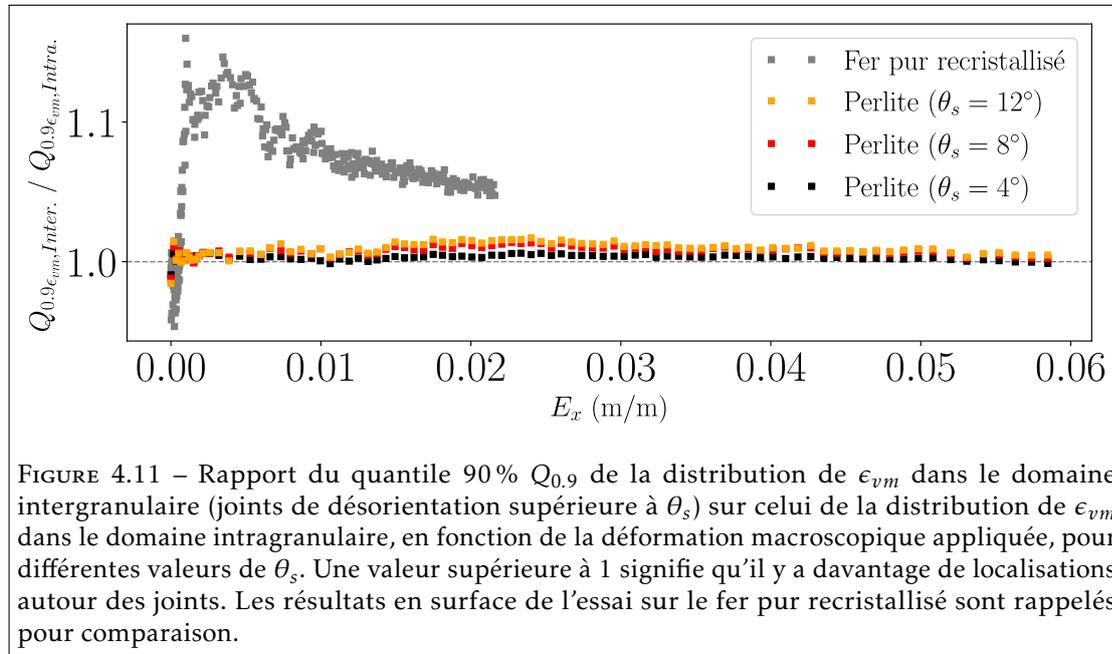
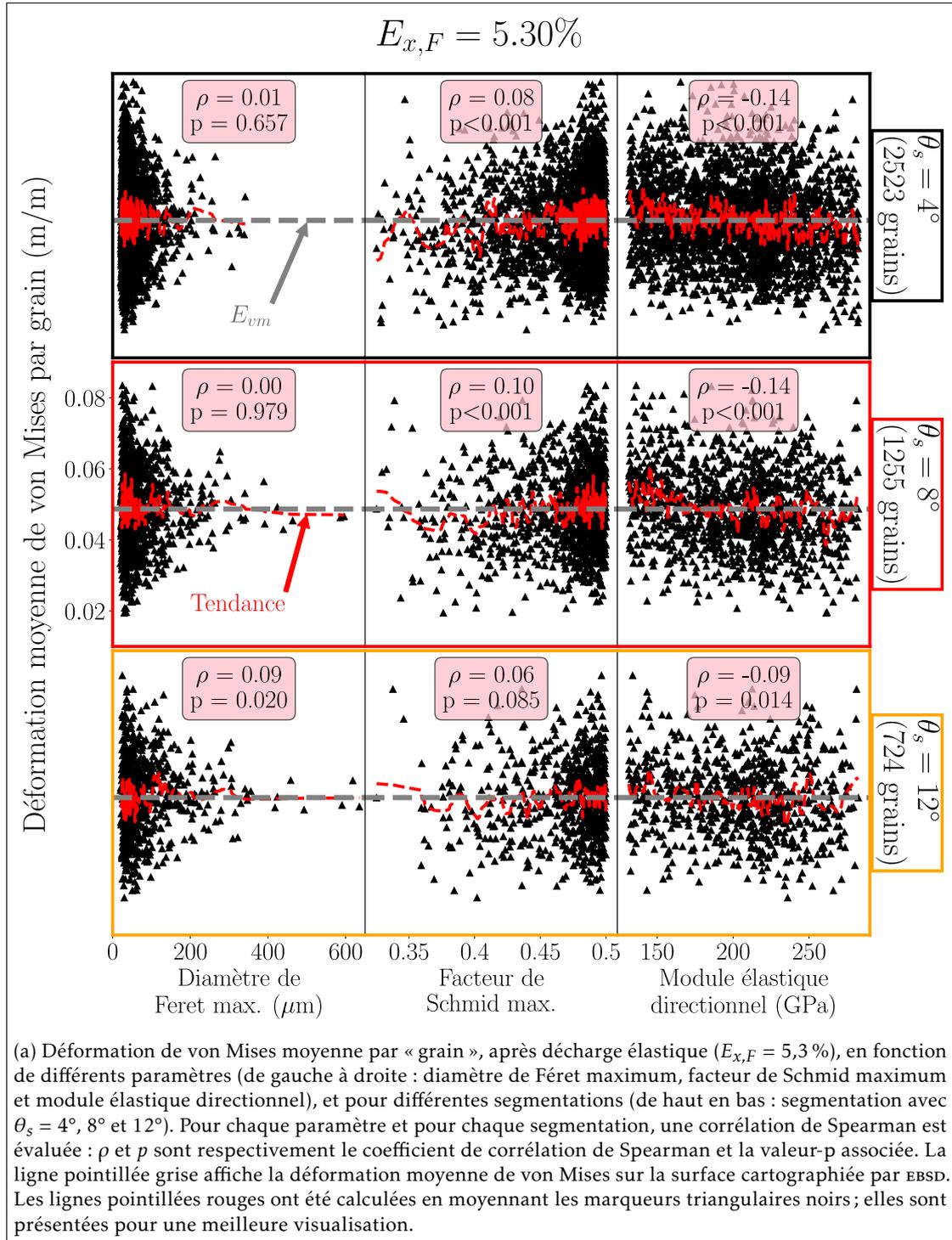
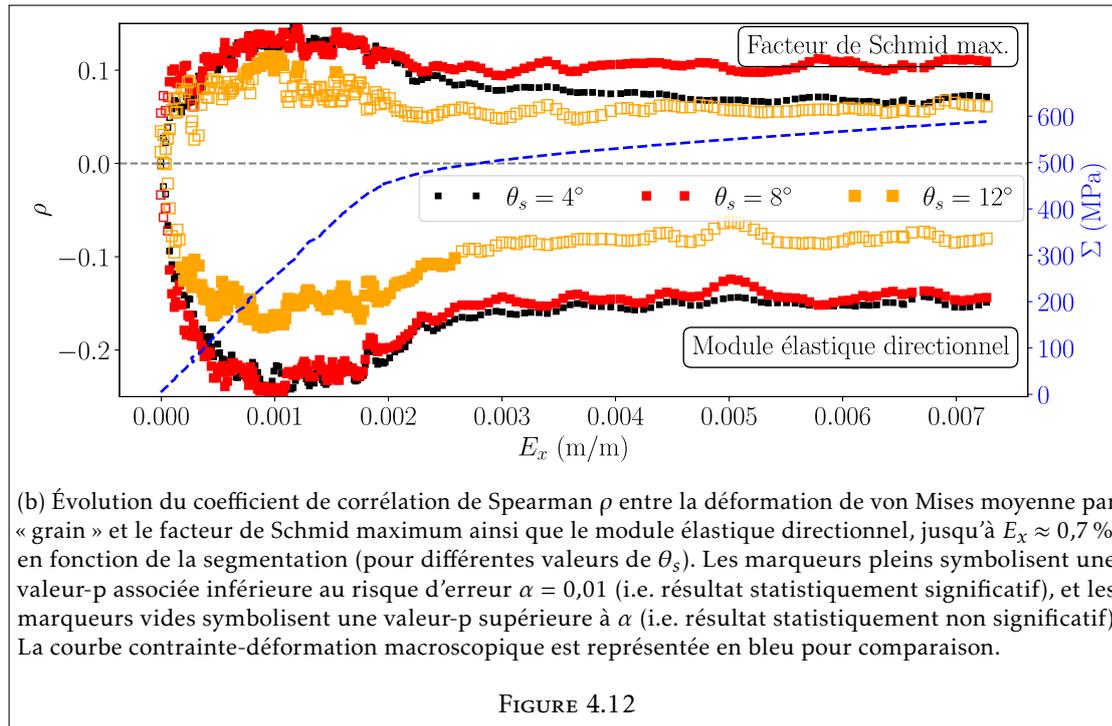


FIGURE 4.11 – Rapport du quantile 90 % $Q_{0,9}$ de la distribution de ϵ_{vm} dans le domaine intergranulaire (joints de désorientation supérieure à θ_s) sur celui de la distribution de ϵ_{vm} dans le domaine intragranulaire, en fonction de la déformation macroscopique appliquée, pour différentes valeurs de θ_s . Une valeur supérieure à 1 signifie qu'il y a davantage de localisations autour des joints. Les résultats en surface de l'essai sur le fer pur recristallisé sont rappelés pour comparaison.

Cette affirmation est résumée par la figure 4.11, qui présente (en orange) l'évolution du rapport entre $Q_{0,9}$ de la déformation de von Mises intergranulaire et $Q_{0,9}$ de la déformation de von Mises intragranulaire. Ce rapport permet d'étudier la proportion relative entre les localisations de déformation dans le domaine intergranulaire et celles dans le domaine intragranulaire. Autrement dit, si ce rapport est supérieur à 1, cela signifie qu'il y a proportionnellement davantage de valeurs élevées (i.e. dans le top 10 %) de la déformation de von Mises dans le domaine intergranulaire que dans le domaine intragranulaire. Les courbes tracées sur la figure 4.11 indiquent que, comparé à l'essai sur le fer pur recristallisé où $Q_{0,9}$ était plus de 10 % supérieur dans le domaine intergranulaire après la transition élastique-plastique, la différence mesurée entre les deux domaines en surface de l'éprouvette perlitique est de l'ordre de 1 % pendant l'essai. Elle peut donc être considérée comme négligeable. Ce résultat est valable a fortiori en élargissant le domaine intergranulaire à l'ensemble des joints de désorientation supérieure à 8° (en rouge sur la figure) ou à 4° (en noir sur la figure). Il confirme que la chaîne de mesure n'a pas enregistré davantage de localisation plastique à proximité des joints de nodules. Cela signifie que, soit i) la résolution spatiale de mesure n'est pas assez bonne pour capter d'éventuelles localisations au niveau des joints de nodules perlitiques, soit ii) la plasticité n'est pas particulièrement localisée au niveau de ces joints. Les micrographies électroniques semblent plaider en faveur de la deuxième interprétation.

Dans un second temps, une analyse à l'échelle des « grains » est reproduite pour cet essai, afin d'investiguer l'influence de divers paramètres sur la déformation de von Mises moyenne par « grain ». Fort des résultats en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé, le facteur de





Schmid maximum (parmi les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$) et le module élastique directionnel sont à nouveau étudiés, au contraire de la désorientation intergranulaire moyenne qui est écartée. Néanmoins, la taille des « grains », indiquée par le diamètre de Féret maximum, demeure un paramètre évident et est sondée à nouveau. L'analyse est réalisée pour $\theta_s = 4^\circ, 8^\circ$ et 12° , i.e. pour différentes segmentations de la microstructure perlitique. Comme dans l'essai précédent, les grains dont l'aire est inférieure à un élément de mesure (16×16 pixels) ne sont pas considérés². En conséquence, l'analyse inclut 2523 « grains » (soit 79 % en fraction surfacique de la surface cartographiée par EBSD) pour $\theta_s = 4^\circ$, 1255 « grains » (83 %) pour $\theta_s = 8^\circ$ et 724 « grains » (78 %) pour $\theta_s = 12^\circ$.

La figure 4.12a présente la déformation de von Mises moyenne par « grain », après décharge élastique, en fonction des paramètres mentionnés ci-dessus et de θ_s . Tout d'abord, comme dans l'essai précédent, une grande dispersion est observée, ce qui signifie qu'aucun paramètre ne possède une influence déterminante. Cela pointe l'influence de l'environnement des grains (interactions), de la microstructure sous-jacente non connue ou/et également de la structure lamellaire, non prise en compte ici. Néanmoins, la corrélation de rang de Spearman est réutilisée afin de quantifier l'analyse. Similairement à l'étude du fer pur recristallisé, H_0 est l'hypothèse nulle selon laquelle « les ensembles de données ne sont pas corrélés » et le risque d'erreur α est fixé à 0,01. Concernant le diamètre de Féret maximum, la valeur-p est supérieure à α quel que soit θ_s , ce qui implique de ne pas rejeter H_0 et de conclure qu'il n'existe pas de corrélation entre la taille des « grains » segmentés et la déformation locale (même si, pour $\theta_s = 12^\circ$, la

2. Un autre filtre est appliqué, pour tenir compte de la qualité hétérogène de la cartographie EBSD : les grains qui sont constitués ou entourés de plus de 25 % de pixels non indexés sont également exclus. Ce seuil de 25 % a été choisi arbitrairement, mais sa valeur n'influence pas les résultats suivants.

valeur-p est relativement faible et le coefficient de corrélation a augmenté jusqu'à presque 0,1). Concernant le facteur de Schmid maximum et le module élastique directionnel, pour $\theta_s = 4^\circ$ et $\theta_s = 8^\circ$, les valeurs-p sont très inférieures au risque d'erreur α , i.e. H_0 peut être rejeté, et les coefficients de corrélation mesurés sont de l'ordre de 0,1 (facteur de Schmid) et -0,15 (module élastique directionnel). En conséquence, pour les segmentations associées à ces valeurs de θ_s , une faible corrélation positive est mesurée avec le facteur de Schmid maximum et une faible corrélation négative est mesurée avec le module élastique directionnel. À l'inverse, pour $\theta_s = 12^\circ$, les valeurs-p sont supérieures à α et H_0 ne peut pas être rejeté.

Ces résultats rappellent ceux de l'étude du fer pur recristallisé, où aucune corrélation n'avait été mesurée avec la taille de grains et une faible corrélation avait été mesurée avec les paramètres se rapportant à l'orientation cristallographique initiale. Similairement aux discussions qui ont été proposées, ces résultats suggèrent que les hétérogénéités de déformation plastique dans le constituant perlitique sont (faiblement) influencées par, d'une part, l'anisotropie élastique des cristaux qui induit des hétérogénéités de contrainte avant la plastification macroscopique, et d'autre part, la plus ou moins grande prédisposition au glissement selon l'orientation cristallographique initiale. La principale différence est que, dans cet essai, les coefficients de corrélation mesurés sont plus faibles. Cela peut être une conséquence du plus grand nombre de « grains » sur la surface [Car+13], en comparaison de l'éprouvette de fer pur recristallisée constituée en partie de grains millimétriques, ce qui accentue les effets d'interaction. Cela peut également être la conséquence de la structure lamellaire non prise en compte.

Concernant l'influence de la segmentation, la corrélation entre la déformation moyenne mesurée et les paramètres se rapportant à l'orientation cristallographique initiale est meilleure pour $\theta_s = 4^\circ$ et 8° , et dégradée pour $\theta_s = 12^\circ$. Ce résultat souligne l'importance de considérer la sous-structure des nodules perlitiques. Une autre explication est que la microstructure a été sous-segmentée (i.e. certaines frontières ont été oubliées) avec $\theta_s = 12^\circ$, ce qui n'a pas permis de rendre compte de l'orientation cristallographique locale avec précision. Les différences de couleur (i.e. d'orientation) entre les figures 4.5b et 4.5e illustrent cette affirmation.

Par ailleurs, similairement à ce qui a été fait dans l'analyse de l'essai précédent, l'étude statistique peut être reproduite pour toutes les images enregistrées au cours de l'essai. L'évolution des coefficients de corrélation mesurés entre la déformation moyenne par « grain » et le facteur de Schmid maximum ainsi que le module élastique directionnel est tracée sur la figure 4.12b, en fonction de θ_s . Il apparaît que, peu importe la segmentation, les coefficients de corrélation avec les deux paramètres proposés augmentent en valeur absolue, i.e. la corrélation augmente, de manière monotone jusqu'à environ 0,1 % de déformation appliquée, c'est-à-dire encore au sein du régime élastique macroscopique. C'est à cet instant que la corrélation mesurée est la plus importante. Ensuite, un plateau est observé jusqu'à 0,2 % de déformation appliquée, c'est-à-dire approximativement au début de la plastification macroscopique. Enfin, la corrélation diminue légèrement jusqu'à 0,3 % de déformation appliquée, et par la suite reste constante jusqu'à la fin de l'essai.

D'une part, l'augmentation monotone de la corrélation dans le domaine élastique traduit le rôle de l'anisotropie élastique. Pour rappel, les grains à faible module élastique ont tendance à avoir un facteur de Schmid maximum élevé, ce qui explique l'augmentation en parallèle du coefficient de corrélation avec le facteur de Schmid maximum. D'autre part, on remarque de manière évidente que ce dernier ne montre pas une seconde augmentation à partir de la transition élastique plastique, comme c'était le cas en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé. C'est pourtant à cet instant que les premières localisations de déformation plastique sont

mesurées. Ces résultats mettent en évidence que c'est davantage l'anisotropie élastique que la prédisposition au glissement qui influence les hétérogénéités de déformation mesurées dans le constituant perlitique.

Remarque

L'analyse « locale » des hétérogénéités et localisations de déformation, réalisée dans l'essai sur le fer pur recristallisé en projetant le tenseur gradient du déplacement sur les directions potentielles de glissement, n'est pas reproduite sur le constituant perlitique. En effet, d'une part, il a été montré précédemment que les mesures de déformation ne pouvaient pas résoudre les hétérogénéités à l'échelle de la structure lamellaire. D'autre part, les bandes de glissement en surface ne sont pas assez intenses, ce qui ne permet pas d'identifier les systèmes activés et de les comparer avec ceux identifiés cinématiquement.

4.2.4 Discussions

Les mesures cinématiques présentées dans cet essai abordent la déformation en traction monotone du constituant perlitique à une échelle plus grossière (de l'ordre de quelques dizaines de micromètres) que celle usuellement étudiée dans la littérature. À cette échelle, qui est celle des nodules, la déformation mesurée est déjà hétérogène. L'amplitude de ces hétérogénéités peut paraître surprenante, étant donné que la microstructure présente encore des hétérogénéités aux échelles inférieures (structure lamellaire nanométrique, colonies micrométriques). De plus, la distribution spatiale des hétérogénéités mesurées, ainsi que les (faibles) corrélations enregistrées entre la déformation moyenne des « grains » segmentés et l'orientation cristallographique locale, rappellent en partie les résultats de l'essai sur le fer pur recristallisé. Ces observations suggèrent un parallèle entre le rôle des grains ferritiques et celui des nodules perlitiques dans la déformation en traction monotone. Cette affirmation irait dans le sens des conclusions de Shinozaki et al. [Shi+06] et de Wang et al. [Wan+17] qui ont mesuré des différences de contrainte entre nodules, et ce dès le régime élastique. Par ailleurs, suivant cette logique, une diminution de la taille des nodules entraînerait une distribution spatiale plus fine des hétérogénéités de déformation, donc un retard dans la coalescence des localisations macroscopiques, et ainsi une augmentation de la ductilité, tel que présenté dans l'annexe A [KB86a; LT86; Tor+14].

À l'inverse, les résultats observés dans cet essai présentent également des différences avec ceux de l'essai sur le fer pur recristallisé : la déformation n'est pas davantage localisée aux joints de nodules, comme c'est le cas au niveau des joints de grains de ferrite pro-eutectoïde, et la (faible) corrélation mesurée entre la déformation moyenne des « grains » segmentés et le facteur de Schmid maximum semble provenir de la relation entre ce dernier et le module élastique directionnel, avec lequel une corrélation plus évidente est mesurée. Ces différences sont principalement³ la conséquence de la structure lamellaire de la perlite au sein des nodules. D'une part, les dislocations s'empilent aux interfaces entre les lamelles de cémentite et la matrice ferritique (eutectoïde) [DBT88; Izo+07; Li+03], ce qui localise la déformation ponctuellement à ces endroits, et non pas particulièrement aux joints de nodules. D'autre part, la littérature évoque l'influence de l'orientation géométrique des lamelles de cémentite [Tan+14; Tes+17; YKW21],

3. Comme mentionné précédemment, il est probable que la différence de taille caractéristique des constituants microstructuraux entre les deux éprouvettes (nodules de perlite dont le diamètre est de l'ordre de 100 μm dans cet essai, contre grains millimétriques en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé) accentue les différences de comportement et de déformation observées.

qui présentent un plus ou moins grand obstacle aux dislocations, sur la déformation (plastique) des colonies, ce qui prend probablement le pas sur l'influence de l'orientation cristallographique du nodule au sens du facteur de Schmid maximum. Ainsi, ces différences justifient d'utiliser une stratégie multi-échelle, qui intègre l'échelle des lamelles de cémentite, dans la modélisation du comportement du constituant perlitique [Ber+15; Las+13; Wat+12].

Pour finir, les résultats statistiques présentés dans cet essai semblent mettre en évidence une corrélation entre la déformation mesurée et la microstructure segmentée qui est maximisée pour $\theta_s = 8^\circ$. Cette valeur est inférieure à la désorientation seuil typiquement utilisée pour caractériser la taille des nodules dans la littérature, comprise entre 10° et 15° [GL12; Wal+06]. Elle sera utilisée pour segmenter les microstructures ferrito-perlitiques dans le chapitre suivant.

Bilan de l'essai

Une éprouvette à microstructure perlitique relativement grossière (distance interlamellaire moyenne de l'ordre de 200 nm), extraite d'un barreau de composition eutectoïde élaboré avec le simulateur thermomécanique Gleeble, a été déformée en traction monotone, sous conditions quasi-statiques, jusqu'à 6 % de déformation appliquée. La déformation locale a été mesurée avec une résolution spatiale inférieure à la taille des nodules, mais supérieure à la taille des colonies, et a fortiori des lamelles de cémentite. En conséquence, les localisations de déformation à l'échelle de la structure lamellaire n'ont pas été résolues. Cependant, des observations MEB de la déformation et de l'endommagement en surface après l'essai ont été réalisées et ont permis de confirmer les mécanismes correspondants rapportés dans la littérature, pour une perlite relativement grossière. Surtout, les mesures cinématiques à l'échelle des nodules ont quand même mis en évidence des hétérogénéités de déformation. L'analyse de ces hétérogénéités suggère que les nodules de perlite eutectoïde jouent un rôle similaire à celui des grains de ferrite pro-eutectoïde en induisant des hétérogénéités de contrainte locale, dès le régime élastique, en fonction de leur orientation cristallographique. Néanmoins, les différences entre les résultats discutés dans cet essai et ceux dans l'essai sur le fer pur recristallisé, telles que la non-localisation préférentielle de la déformation aux joints de nodules, pointent l'importance de prendre en compte la structure lamellaire dans les modélisations du comportement mécanique du constituant perlitique.

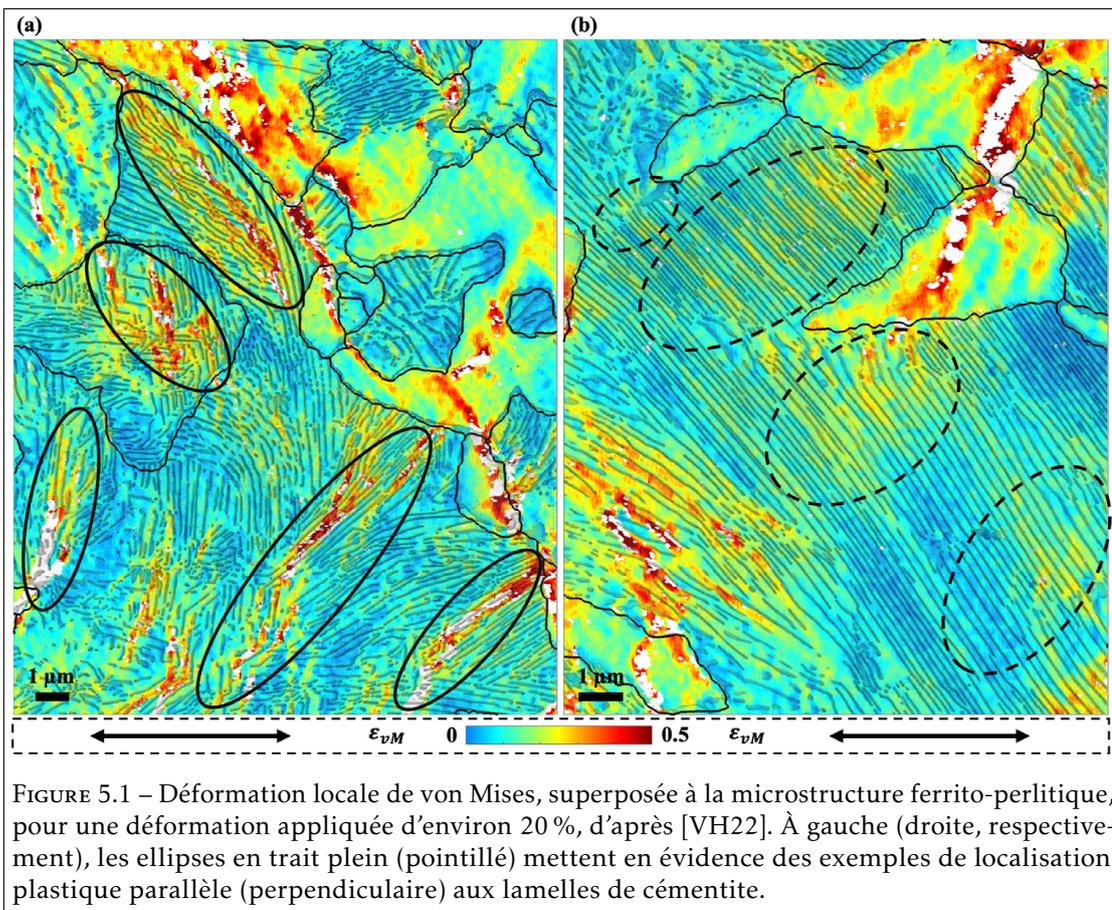
Étude des mécanismes et hétérogénéités de déformation en traction monotone des microstructures ferrito-perlitiques

Les études précédentes sur les constituants ferritique et perlitique ne rendent pas compte des effets d'interaction entre ces deux constituants dans le cas d'une microstructure ferrito-perlitique. L'objet de ce dernier chapitre est ainsi de transposer les analyses réalisées dans les chapitres 3 et 4 sur des microstructures ferrito-perlitiques présentant différents paramètres microstructuraux. Après une brève revue de la littérature sur ce sujet, la deuxième section présente les essais réalisés sur des éprouvettes prélevées dans un axe obtenu par refoulement à chaud, où la fraction de perlite et la taille des anciens grains austénitiques varient en fonction de la position du prélèvement. Dans un dernier temps, il est question d'éprouvettes élaborées avec le simulateur thermomécanique Gleeble dans le chapitre 1, qui présentent une grande diversité de distance interlamellaire perlitique.

5.1 Mécanismes de déformation des microstructures ferrito-perlitiques : état de l'art

Malgré leur bonne résistance et leur grande ductilité, relativement peu d'études sont consacrées à l'identification expérimentale des mécanismes de déformation des aciers ferrito-perlitiques. Les travaux datés de Karlsson et Lindén [KL75] et de Inoue et Kinoshita [IK77] (observations MEB et MET et modélisation de la déformation d'un agrégat) indiquent que la ferrite pro-eutectoïde, plus ductile, se déforme davantage que la perlite eutectoïde pendant la plastification macroscopique. La charge est alors transférée de la ferrite pro-eutectoïde vers la perlite eutectoïde, ce qui permet l'écrasement du matériau. Néanmoins, cette dernière se déforme également plastiquement avec l'augmentation de la déformation appliquée, mais de manière hétérogène en fonction des nodules. Inoue et Kinoshita précisent que la déformation moyenne dans la perlite est d'autant plus importante que la fraction de perlite est grande. Les auteurs observent également que l'endommagement a lieu préférentiellement dans les nodules perlitiques.

Plus récemment, il a été confirmé, en mesurant la déformation locale par CIN d'images MEB acquises in-situ sous traction monotone, que la ferrite pro-eutectoïde concentrait la déformation [Pau+19]. En détails, la déformation est observée initialement dans certains grains de ferrite pro-eutectoïde, puis se localise sous la forme de bandes, généralement inclinées, qui connectent plusieurs grains de ferrite précédemment déformés. Avec l'augmentation de la déformation appliquée, la déformation s'accumule davantage dans ces bandes. À l'inverse, les zones situées de part et d'autre des bandes de localisations sont très peu déformées. À partir de la plastification macroscopique, la déformation mesurée dans les nodules de perlite est globalement plus faible que dans la ferrite pro-eutectoïde, à l'exception de ceux qui ont permis la connexion de la déformation initiale en une bande de localisation.



À l'aide d'un autre essai similaire, avec une résolution spatiale encore plus fine permettant de mesurer la déformation à l'échelle des lamelles de cémentite, il est précisé que la déformation est initiée aux interfaces entre les chemins fins de ferrite pro-eutectoïde et les nodules de perlite voisins [VH22; IA21]. La déformation s'étend ensuite à l'intérieur des grains de ferrite pro-eutectoïde, puis forme ensuite une bande fortement localisée, ou non, en fonction des autres grains de ferrite pro-eutectoïde et nodules de perlite environnants et de leurs caractéristiques, telles que l'orientation géométrique des lamelles de cémentite. La figure 5.1 illustre de telles hétérogénéités de déformation. Dans un second temps, les auteurs se sont intéressés à l'endommagement dans la perlite avec l'augmentation de la déformation appliquée. Cet en-

dommagement est observé préférentiellement dans les nodules de perlite qui sont au sein des bandes de localisation plastique et qui ont une structure lamellaire « propre », c'est-à-dire avec des lamelles longues et quasi-parfaitement parallèles entre elles. À l'inverse, les nodules au sein des bandes de localisation mais qui ont une structure lamellaire « chaotique », plus ouverte, semblent se déformer plastiquement mais sans initier de micro-fissure. Les auteurs concluent sur l'importance des interactions entre la ferrite pro-eutectoïde et la perlite eutectoïde, en particulier dans les mécanismes d'endommagement.

En parallèle, la déformation de la microstructure précédente a été simulée numériquement, par élasto-plasticité isotrope ainsi que par plasticité cristalline [IA21]. Les résultats indiquent que le modèle de plasticité cristalline reproduit plus fidèlement les hétérogénéités de déformation locale mesurées expérimentalement, tandis que le modèle d'élasto-plasticité isotrope prédit une distribution de la déformation plus homogène. Cet écart suggère l'importance de prendre en compte l'orientation cristallographique locale de la ferrite pro-eutectoïde et eutectoïde au regard des hétérogénéités de déformation. Il a également été observé que la déformation locale simulée est modifiée lorsque l'orientation géométrique des lamelles de cémentite est changée artificiellement. En particulier, la déformation dans la colonie est supérieure lorsque les lamelles de cémentite sont orientées à $\pm 45^\circ$ par rapport à la direction de sollicitation. Ces résultats sont partagés par Berisha et al, qui ajoutent également que l'orientation géométrique des lamelles de cémentite joue un rôle crucial dans l'amorçage des micro-fissures [Ber+15].

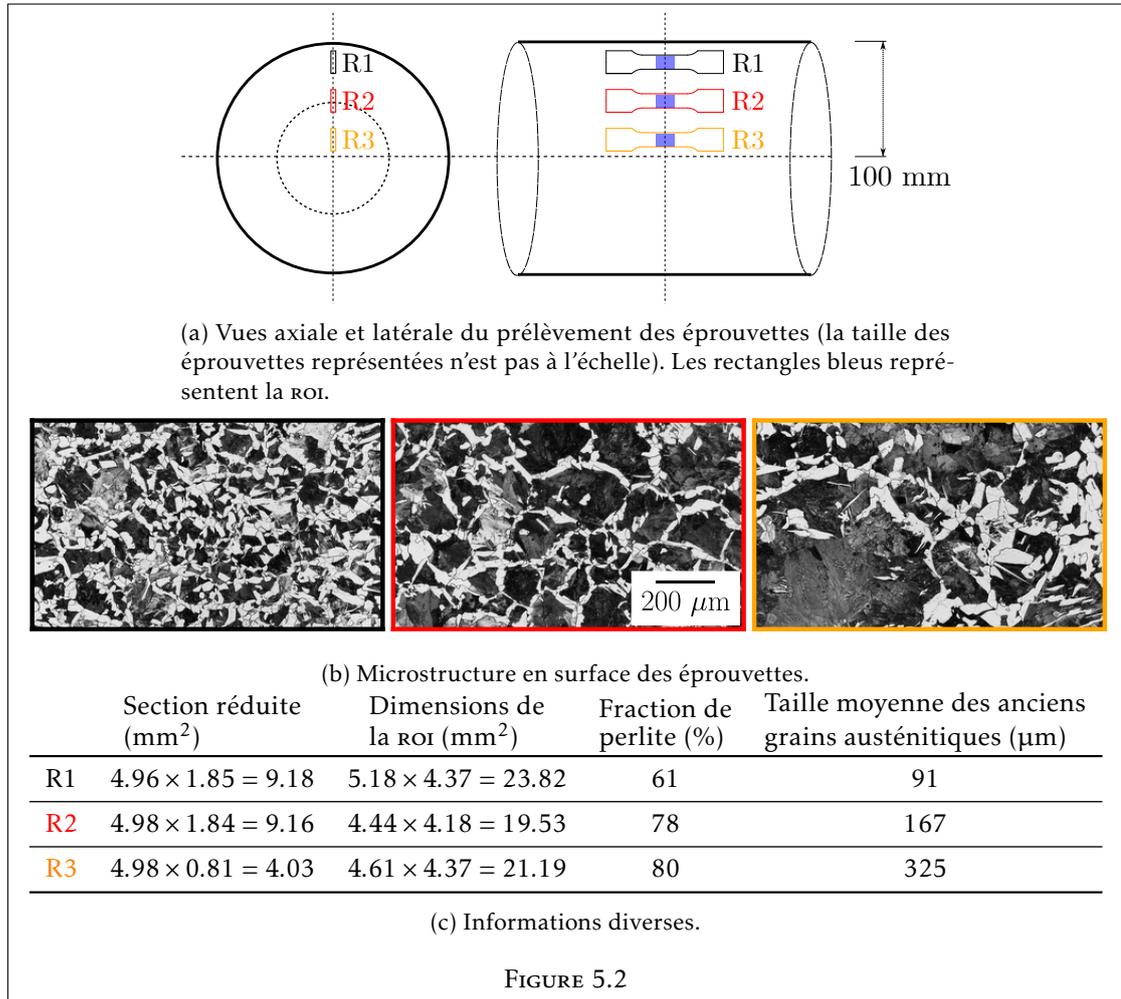
En résumé, les quelques travaux mentionnés dans cette étude bibliographique mettent en évidence la déformation préférentielle dans la ferrite pro-eutectoïde et dévoilent en partie les mécanismes de localisation et d'endommagement. Cependant, plus de données et de résultats sont nécessaires pour étudier plus en détails l'influence de la fraction des constituants, de la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde et de l'espacement interlamellaire perlitique sur les hétérogénéités de déformation des aciers ferrito-perlitiques. C'est l'objet des divers essais présentés dans ce chapitre.

5.2 Essais instrumentés sur éprouvettes prélevées dans un axe obtenu par refoulement à chaud : influence de la fraction des constituants et de la taille des grains

Les axes EA1N obtenus par refoulement à chaud contiennent une microstructure hétérogène, telle que présentée dans le chapitre 1, sous-section 1.1.1, dont la fraction du constituant perlitique et la taille des anciens grains austénitiques augmentent avec la profondeur sous la portée de calage. Pourtant, des essais macroscopiques de traction monotone, réalisés par Baudoin [Bau15], n'ont pas mis en évidence une différence majeure de comportement entre des éprouvettes prélevées à différentes positions et orientations. Seule une légère variation de la limite élastique a été rapportée (320 MPa pour les prélèvements d'éprouvettes « associés à une taille de grains plus fine » contre 300 MPa pour ceux « au sein duquel la taille de grains est plus importante »).

Afin de comprendre plus finement les relations entre microstructure et comportement mécanique dans les axes obtenus par refoulement à chaud de nuance EA1N ($0,38\%_m\text{C} - 0,4\%_m\text{Si} - 1,0\%_m\text{Mn}$), des éprouvettes de traction de taille réduite ont été prélevées à trois positions différentes sous la portée de calage, et des essais instrumentés à l'échelle de la microstructure ont été réalisés (repère R1 : en sous-surface, repère R2 : à mi-profondeur, et repère R3 : à cœur ; la figure 5.2a présente une vue d'ensemble). La géométrie de ces éprouvettes, qui est la même que

celle de l'éprouvette de l'essai exemple présenté dans le chapitre 2 est indiquée dans l'annexe B¹.



La microstructure en surface des éprouvettes est présentée sur la figure 5.2b. Conformément aux résultats de caractérisation du chapitre 1, la fraction de perlite eutectoïde et la taille des anciens grains austénitiques augmentent avec la profondeur sous la portée de calage. Ainsi, la taille moyenne des anciens grains austénitiques dans l'éprouvette R3, à cœur, est estimée égale à 325 μm, soit environ deux fois supérieure à celle dans l'éprouvette R2 et plus de trois fois supérieure à celle dans l'éprouvette R1, en sous-surface. La taille des grains de ferrite proeutectoïde et de nodules de perlite eutectoïde, dépendante en partie de la taille des grains parents, semble évoluer similairement. Toutefois, concernant la fraction du constituant perlitique, la variation n'est pas linéaire : l'éprouvette R1 contient nettement moins de perlite (environ 60 %) que dans les éprouvettes R2 et R3, entre lesquelles la différence est faible (environ 80 % de

1. À noter toutefois que dans le cas de l'éprouvette prélevée à cœur, l'épaisseur initiale de l'éprouvette (avant polissage) était de 1 mm au lieu de 2 mm. Ce choix, a posteriori regrettable car pouvant influencer le comportement mécanique de l'éprouvette, avait été motivé à la date de l'essai par la volonté de minimiser l'influence de la microstructure inconnue dans le volume.

perlite). À noter également que de nombreuses structures de Widmanstätten sont observées en surface de R3 (la microstructure présentée sur la figure A.2(c) dans l'annexe A provient notamment de cette éprouvette); leur proportion semble diminuer en surface de R2 et surtout de R1, tel que discuté dans le chapitre 1. Enfin, la distance interlamellaire perlitique, supposée approximativement constante et comprise entre 250 nm et 300 nm d'après les résultats du chapitre 1, n'a pas été mesurée.

La sollicitation visée, pour les trois éprouvettes, est une traction monotone à température ambiante et en conditions quasi-statiques ($\dot{\epsilon} \approx 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$) jusqu'à environ 2 % de déformation appliquée, suivie d'une décharge élastique. Dans le cas de l'éprouvette R3, le chargement a été malencontreusement interrompu après seulement 1 % de déformation totale. Néanmoins, les résultats suggèrent que la déformation locale mesurée en fin d'essai aurait été similaire sans interruption, telle que présentée plus loin sur la figure 5.4. Les essais ont été instrumentés avec la caméra Ximea CB500MG et l'objectif Laowa Ultra Macro 25 mm, comme dans les cas de l'essai exemple dans le chapitre 2 et de l'essai sur l'éprouvette à microstructure perlitique. Le grossissement et l'ouverture utilisés sont respectivement X5 et f/4. La taille d'un pixel est environ 920 nm, le champ de vision mesure $7.3 \times 5.5 \text{ mm}^2$ et la profondeur de champ est d'environ 100 μm . De même, les images ont été acquises avec une fréquence d'environ 6 FPS, soit une image tous les 4×10^{-5} incrément de déformation, en moyenne. Les champs cinématiques sont calculés avec yadics en utilisant une taille d'élément de 16x16 pixels et un filtre médian de taille 5.

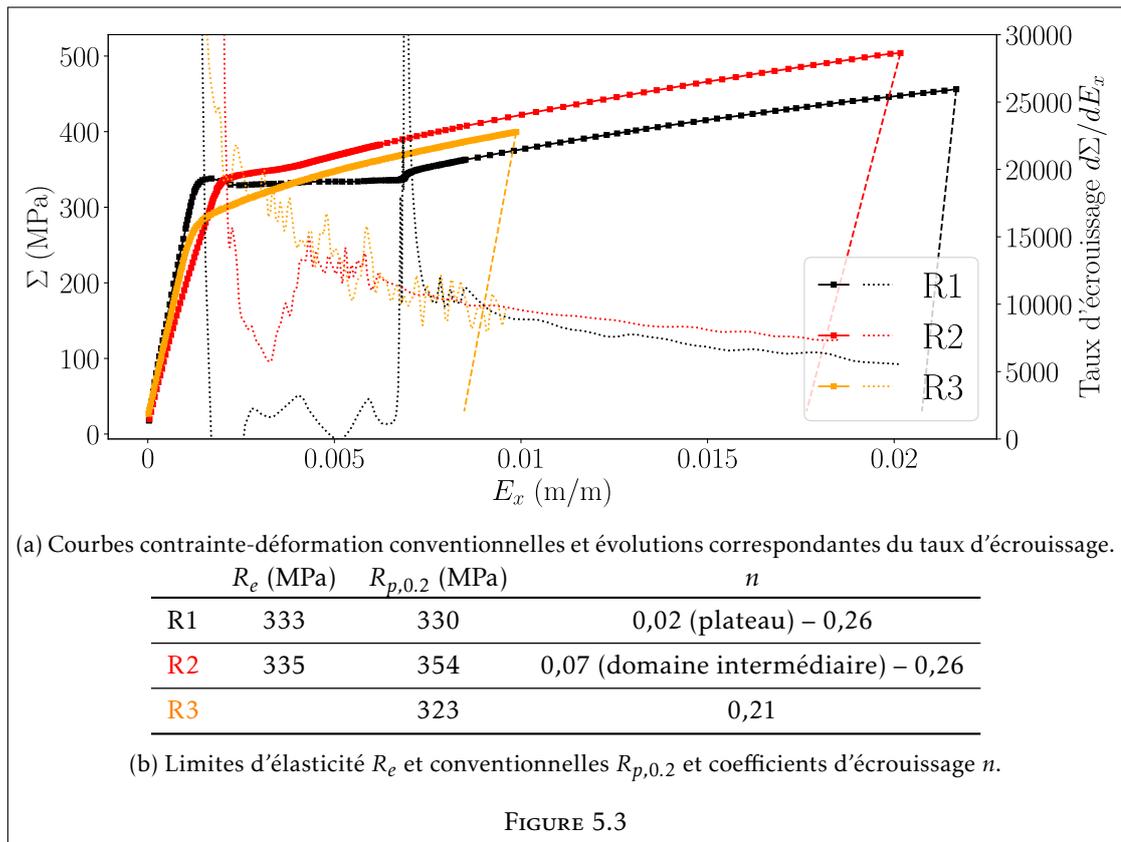
5.2.1 Comparaison des résultats entre les trois éprouvettes

Comportements macroscopiques

Les courbes contrainte-déformation macroscopiques sont présentées sur la figure 5.3a, ainsi que les évolutions correspondantes du taux d'écrouissage $d\Sigma/dE_x$. Il est rappelé que E_x est la déformation axiale appliquée mesurée avec la méthode homogène de yadics. Un premier constat est que la pente dans le domaine élastique n'est pas identique pour les trois essais. Il a été démontré dans le chapitre 2 que ces différences résultent de l'erreur induite par les mouvements hors-plan qui se produisent pendant l'essai, qui peuvent provenir par exemple d'un défaut d'alignement de l'éprouvette avec l'axe de sollicitation. Dans le cas de R1 (respectivement R2), le module de Young est sur-évalué (sous-évalué), ce qui suggère un éloignement (rapprochement) de la surface de l'éprouvette par rapport au capteur de la caméra. Dans le cas de R3, le module de Young mesuré $E = 216 \text{ GPa}$ est proche de celui de référence $E^r = 210 \text{ GPa}$ de l'acier EA1N.

Les limites d'élasticité R_e (si possible) et conventionnelles $R_{p,0.2}$ ainsi que les coefficients d'écrouissage n sont rapportés dans le tableau 5.3ab. Pour rappels, $R_{p,0.2}$ est identifié en interpolant la déformation plastique (cette dernière étant calculée en soustrayant la déformation élastique Σ/E à la déformation totale, où E est le module de Young mesuré), et n , qui est retrouvé dans la loi de puissance $\Sigma_{vraie} = KE_{x,vraie}^n$ (K constante), est évalué à l'aide d'une régression linéaire de la pente de la courbe logarithme de la contrainte vraie – logarithme de la déformation vraie (dans le régime plastique).

L'éprouvette R3 est celle qui plastifie le plus tôt (en terme de contrainte appliquée). Cette plastification est progressive et la déviation par rapport à la linéarité élastique semble se développer entre 240 MPa et 280 MPa mais la limite d'élasticité conventionnelle est évaluée à plus de 320 MPa. Au contraire, les courbes associées aux éprouvettes R1 et R2 marquent une limite $R_e \approx 335 \text{ MPa}$. Par la suite, R1 présente une très légère baisse de la contrainte suivie d'un plateau prononcé, long d'environ 0,5 % de déformation. Ce n'est pas le cas de R2 où la contrainte augmente de manière monotone, même si un bref domaine intermédiaire est observé. Ce domaine est



associé à un plus faible taux d'écroutissage. Après la transition élastique plastique macroscopique, les trois éprouvettes semblent s'écrouter de manière similaire, même si la lecture des coefficients d'écroutissage peut suggérer une différence entre R3 et les deux autres essais. Cette différence est susceptible de provenir de l'interruption précoce de l'essai R3. En effet, si les points situés entre 1 % et 2 % de déformation appliquée sont exclus de l'évaluation de n pour R1 et R2, alors les coefficients estimés sont abaissés à des valeurs proches de celle de R3 (respectivement 0,23 et 0,21). Ce constat n'est pas aberrant puisque l'augmentation de la déformation appliquée se traduit par une augmentation de la densité de dislocations dans l'éprouvette, directement responsable de l'écroutissage du matériau.

Tout d'abord, la plus faible limite élastique observée pour R3 ne peut a priori pas s'expliquer par l'augmentation de la fraction de perlite (l'inverse aurait été compris); elle relève donc de l'augmentation de la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde², conséquence de l'augmentation de la taille des anciens grains austénitiques. En guise d'illustration, la taille de ces derniers est la principale différence microstructurale entre R2 et R3, ce qui produit une limite élastique plus élevée pour R2. C'était déjà le sens des conclusions des essais macroscopiques réalisés par Baudoin. À l'inverse, entre R1 et R2, la diminution de la taille de la microstructure est compensée

2. Il est également possible que la plus faible épaisseur de l'éprouvette R3 comparativement à R1 et R2 joue un rôle sur le comportement plastique de l'éprouvette. Néanmoins, dans le cas de l'essai exemple présenté dans le chapitre 2, dont la microstructure est similaire à celle de R3, l'épaisseur initiale de l'éprouvette était proche de 2 mm mais la limite d'élasticité conventionnelle évaluée n'est pas supérieure.

par la fraction de ferrite pro-eutectoïde qui est doublée, et les limites élastiques résultantes sont similaires.

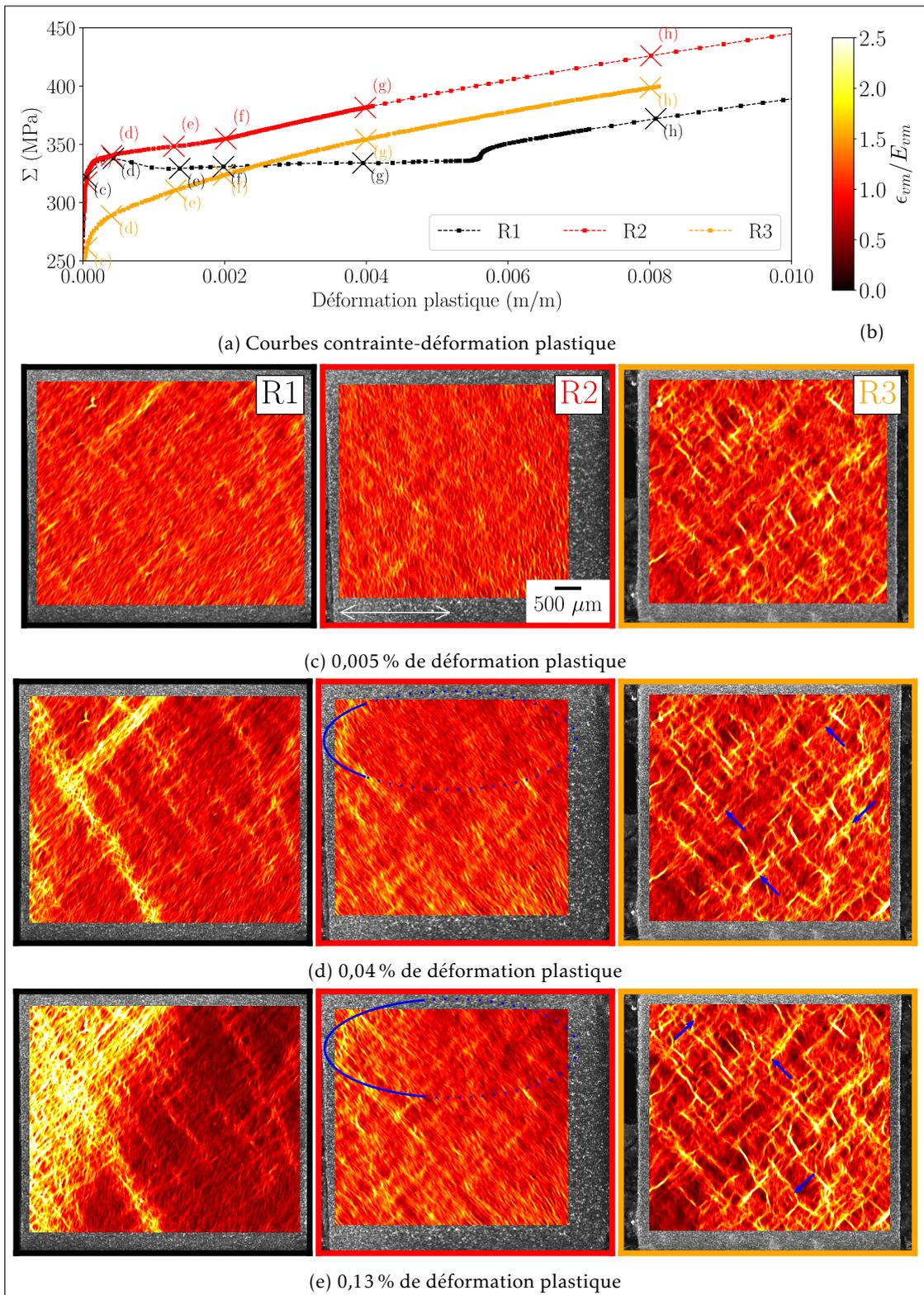
Ensuite, le comportement de l'éprouvette pendant la transition élastique-plastique peut être expliqué conjointement par la fraction des constituants et par la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde : concernant le premier facteur, l'allure de la courbe R3, où la perlite constitue 80 % de la microstructure en surface de l'éprouvette, est similaire à celle de l'éprouvette à microstructure entièrement perlitique (chapitre 4), qui présentait également une déviation progressive à la linéarité élastique. D'autre part, le plateau de contrainte observé sur la courbe R1, où la répartition de ferrite et de perlite est davantage partagée en surface de l'éprouvette, est caractéristique du comportement de la ferrite pro-eutectoïde [SH51]. Concernant le deuxième facteur, il est rappelé que la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde joue également un rôle sur la présence et la taille du palier de contrainte [Hal70; JEC15]. Ce manuscrit apporte deux nouvelles preuves en ce sens : i) l'essai sur le fer pur recristallisé, où la microstructure est entièrement ferritique mais de taille millimétrique, n'a pas mis en évidence de plateau de contrainte prononcé pendant la transition élastique-plastique, contrairement aux essais de Baudoin sur le même matériau non recristallisé, dont la taille de grain moyenne était de l'ordre de 30 μm [Bau15] et ii) un palier est observé sur les courbes des essais macroscopiques réalisés sur les éprouvettes prélevées dans la toile de la roue ER7 trempée revenue (voir figure 1.7 dans le chapitre 1), qui contiennent 80 % de perlite eutectoïde, comme R3, mais des grains de taille inférieure.

Enfin, concernant l'écrouissage, il est délicat de différencier les résultats étant donné que l'estimation du coefficient d'écrouissage dépend de l'intervalle de déformations considéré, qui est par ailleurs restreint dans le cadre de ces essais. En négligeant l'aspect taille de la microstructure, on aurait pu s'attendre à une augmentation du coefficient d'écrouissage avec la fraction de perlite eutectoïde, puisque le constituant perlitique est connu pour s'écrouir davantage que le constituant ferritique [TN70], en témoignent les valeurs de n identifiées dans les chapitres 3 et 4 (0,28 pour l'éprouvette perlitique contre 0,14 pour l'éprouvette de fer pur recristallisé). Ce n'est visiblement pas le cas ici, pour des fractions de perlite comprises entre 60 % et 80 %, et pour de faibles déformations appliquées (inférieures à 2 %). Il semble ainsi que les différences de microstructure des éprouvettes prélevées à différentes profondeurs dans l'axe obtenu par refoulement à chaud se répercutent principalement dans la transition élastique plastique (limite élastique et comportement), mais ne sont pas retrouvées dans l'écrouissage. Ceci explique pourquoi les essais macroscopiques réalisés par Baudoin n'ont pas mis en évidence de différence majeure.

Champs locaux de déformation

Afin de proposer une analyse plus fine des différences de comportement entre les trois éprouvettes, la contrainte appliquée est tracée en fonction de la déformation plastique mesurée sur la figure 5.4a et les champs de déformation de von Mises sont représentés pour différentes valeurs de déformation plastique sur les figures 5.4c, 5.4d, 5.4e, 5.4f, 5.4g et 5.4h. Le choix de la déformation plastique permet de comparer plus facilement les trois essais en minimisant l'influence des différents mouvements hors-plan. Il convient toutefois de préciser que même si la déformation plastique macroscopique calculée est nulle dans le domaine élastique, il est possible que de la micro-plasticité locale se produise. Il est également souligné que les champs présentés correspondent à la déformation locale normalisée par rapport à la valeur moyenne sur la ROI.

En surface de l'éprouvette R1, une première bande de localisation inclinée à +45° par rapport à la direction de traction est observée au tout début de la transition élastique-plastique (figure 5.4c). Cette bande, longue d'environ 1 mm, semble être originaire de la surface libre supérieure de



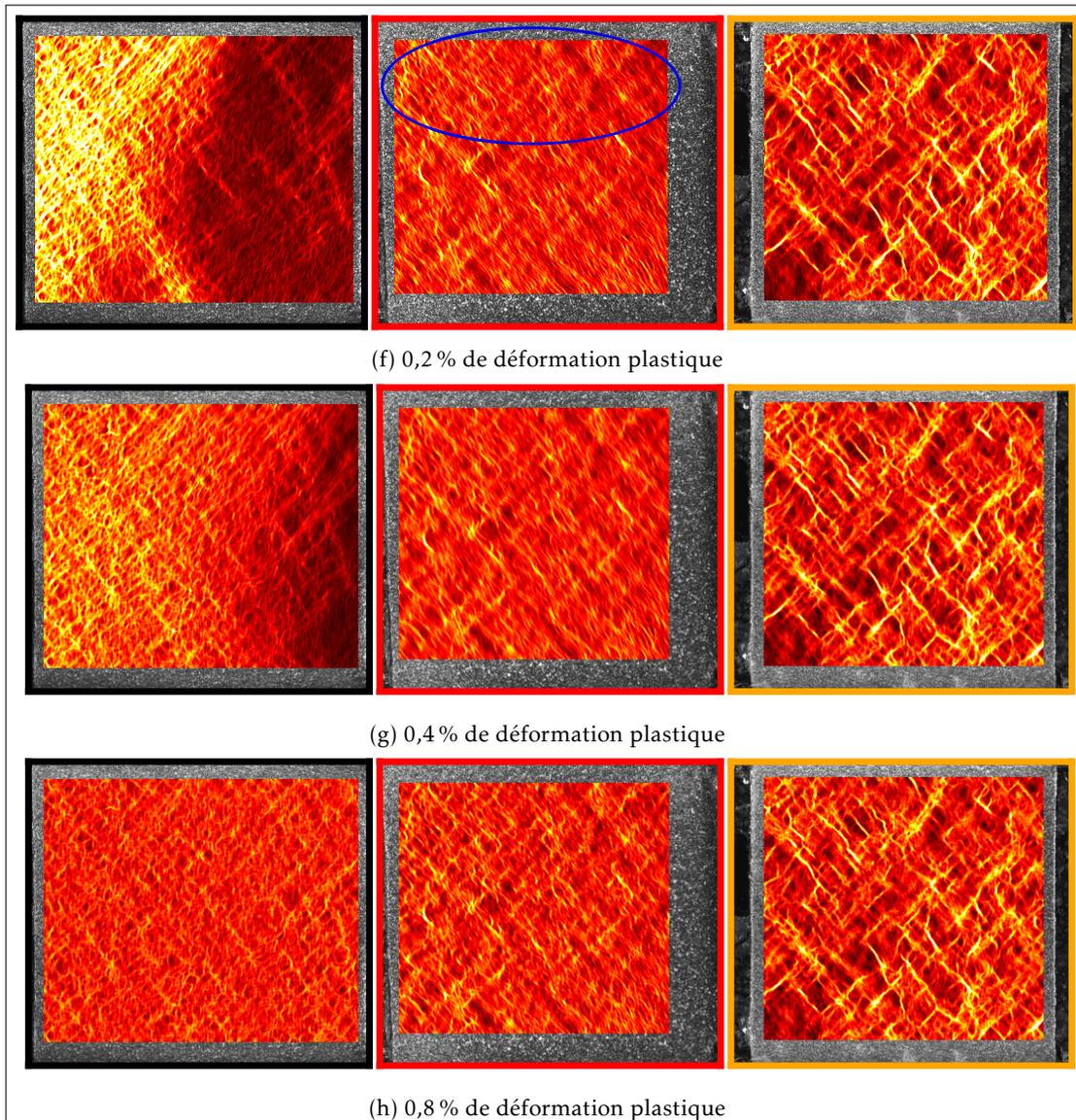


FIGURE 5.4 – La barre de couleur (b) décrit la déformation de von Mises en surface des éprouvettes R1, R2 et R3 normalisée par rapport à la valeur moyenne sur la ROI, pour les sous-figures (c) à (h). Les champs représentés correspondent aux ROI des éprouvettes correspondantes (voir figure 5.2a). La direction de traction est la direction horizontale. Les annotations bleues mettent en évidence des localisations qui sont commentées dans le corps du texte.

l'éprouvette. En parallèle, la chaîne de mesure met également en évidence plusieurs localisations à l'échelle de la microstructure. Rapidement après, une deuxième bande inclinée à environ -60° se forme sur toute la largeur et croise la première bande (figure 5.4d). Cela correspond au début de la diminution de la contrainte et du plateau qui suit. D'autres bandes de localisations de type bandes de Piobert-Lüders sont alors observées à proximité, plus ou moins petites mais

toutes inclinées par rapport à la direction de traction (figure 5.4e). Un front de déformation est formé; il se propage de la gauche vers la droite de l'éprouvette tel que vu par la caméra (figures 5.4f et 5.4g). Pendant sa propagation, l'autre partie de la surface de l'éprouvette présente une déformation quasi-nulle, à l'exception de quelques fines bandes également inclinées. Une fois le front entièrement propagé en surface de l'éprouvette, les localisations de déformation sont mesurées à l'échelle de la microstructure, et la déformation à l'échelle de l'éprouvette apparaît relativement homogène (figure 5.4h). Le plateau de contrainte est alors terminé et l'écrouissage de l'éprouvette débute.

À l'inverse, en surface de l'éprouvette R3, la déformation locale est déjà particulièrement hétérogène après seulement 0,005 % de déformation plastique (figure 5.4c). La transition élastique-plastique progressive s'accompagne de l'apparition, progressive également, de nouvelles localisations de déformation, mises en évidence par les flèches bleues sur les figures 5.4d et 5.4e, et de l'accumulation de la déformation au niveau des premières hétérogénéités mesurées. À partir d'environ 0,15 % de déformation plastique, la distribution spatiale des localisations est conservée, la déformation continue de s'accumuler au niveau de ces dernières avec l'augmentation de la déformation appliquée, en témoignent les champs très similaires présentés sur les figures 5.4e, 5.4f, 5.4g et 5.4h, et l'éprouvette s'écrouit. À la fin de l'essai, la déformation est encore clairement hétérogène à l'échelle de l'éprouvette, et les localisations prennent l'apparence de bandes mésoscopiques inclinées, dont la longueur est contenue approximativement entre 500 μm et 800 μm .

Pour finir, les champs de déformation en surface de l'éprouvette R2 évoquent un comportement hybride entre R1 et R3. Dans la partie inférieure de l'éprouvette, la déformation se localise progressivement à l'échelle de la microstructure, puis s'accumule aux mêmes endroits, et la distribution spatiale résultante ne varie presque plus entre les figures 5.4e et 5.4h. Dans la partie supérieure de l'éprouvette, la déformation semble se propager de la gauche vers la droite de l'éprouvette, comme mis en évidence par l'ellipse dessinée en traits pleins et pointillés sur les figures 5.4d, 5.4e et 5.4f. Cette propagation se réalise néanmoins de manière beaucoup plus diffuse que celle des bandes de Piobert-Lüders en surface de R1. À partir de 0,2 % de déformation plastique, la déformation s'est entièrement propagée, et la distribution spatiale des localisations ne varie plus avec l'augmentation de la déformation appliquée. Cela correspond à la fin du domaine associé à un plus faible taux d'écrouissage (de manière équivalente : au début du domaine à plus fort taux d'écrouissage). En fin d'essai, les localisations sont à nouveau observées sous la forme de bandes inclinées dont la longueur correspond à l'échelle de la microstructure. En conséquence, la déformation en fin d'essai vue à l'échelle de l'éprouvette apparaît plus homogène que R3 mais plus hétérogène que R1. Néanmoins, comme observé sur les comportements macroscopiques, cela ne semble pas affecter l'écrouissage des éprouvettes.

Deux fortes similitudes entre les trois éprouvettes ressortent de ces observations. Premièrement, la déformation localise sous la forme de bandes inclinées et la distribution spatiale de la déformation plastique construit ainsi une structure inclinée. Cet aspect est repris dans les prochains paragraphes, et sera discuté dans la sous-section 5.2.3. Deuxièmement, l'éprouvette s'écrouit pleinement lorsque l'augmentation de la déformation appliquée ne modifie plus la distribution spatiale de la déformation mais résulte en l'accumulation de la déformation aux endroits précédemment déformés. Cette observation n'est pas illogique puisque les premières hétérogénéités de déformation s'accompagnent probablement d'une augmentation de la densité de dislocations dans les grains et colonies déformés, ce qui nécessite donc une contrainte plus importante pour entraîner le mouvement de ces dislocations.

Les observations précédentes posent la question de l'influence des constituants de la microstructure sur les localisations de déformation. La superposition de la déformation locale de von Mises sur la cartographie optique repositionnée montre que les localisations ont lieu en majorité dans la ferrite pro-eutectoïde, tel qu'illustré sur la figure 5.5 dans le cas des champs de déformation mesurés en fin d'essai en surface de l'éprouvette R3³, où les grains sont les plus gros. Les localisations sont souvent retrouvées le long de chemins de ferrite pro-eutectoïde inclinés par rapport à la direction de sollicitation, telles que pointées par les flèches bleues. Ces localisations inclinées sont généralement délimitées par de la perlite eutectoïde peu déformée de part et d'autre. Ces observations, déjà pressenties avec l'essai exemple présenté dans le chapitre 2 et illustrées sur les figures 2.12 et 2.14, sont assez logiques et en accord avec les résultats de la littérature présentés au début de ce chapitre. À noter qu'il ne semble pas y avoir de différence notable entre la déformation de la ferrite allotriomorphe et celle de la ferrite de Widmanstätten (non montrée sur la figure). De plus, les ellipses bleues sur la figure 5.5 mettent également en évidence plusieurs localisations mesurées au sein d'îlots perlitiques. Ces dernières semblent assurer la connexion entre des localisations de déformation dans la ferrite pro-eutectoïde environnante. Cela implique donc que la perlite se déforme plastiquement, tel qu'observé par [IK77 ; KL75 ; Pau+19], et est également susceptible de localiser la déformation, en accord avec les mesures à l'échelle sub-micrométrique de [VH22].

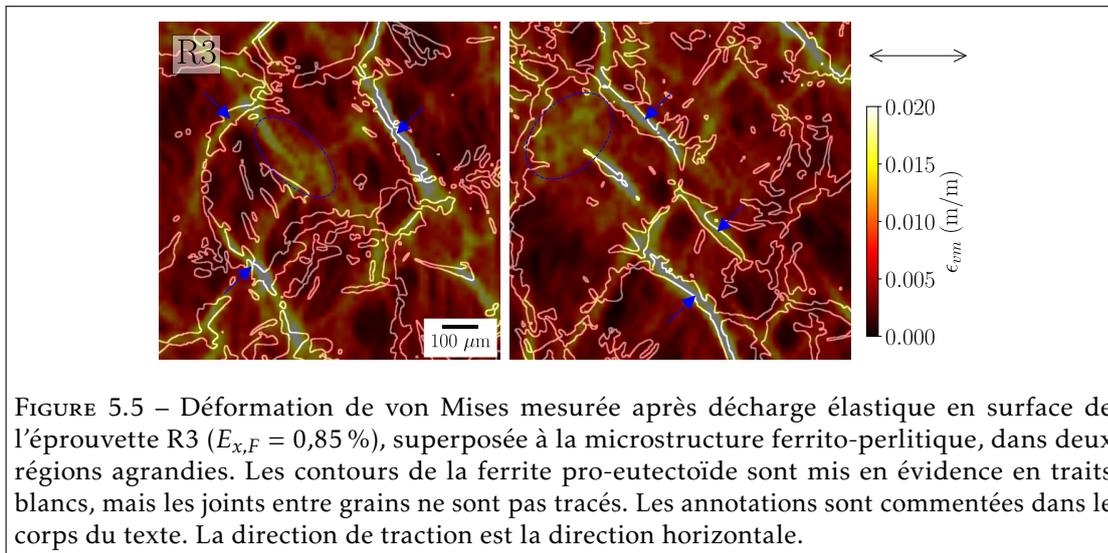


FIGURE 5.5 – Déformation de von Mises mesurée après décharge élastique en surface de l'éprouvette R3 ($E_{x,F} = 0,85\%$), superposée à la microstructure ferrito-perlitique, dans deux régions agrandies. Les contours de la ferrite pro-eutectoïde sont mis en évidence en traits blancs, mais les joints entre grains ne sont pas tracés. Les annotations sont commentées dans le corps du texte. La direction de traction est la direction horizontale.

Déformation moyenne par constituant

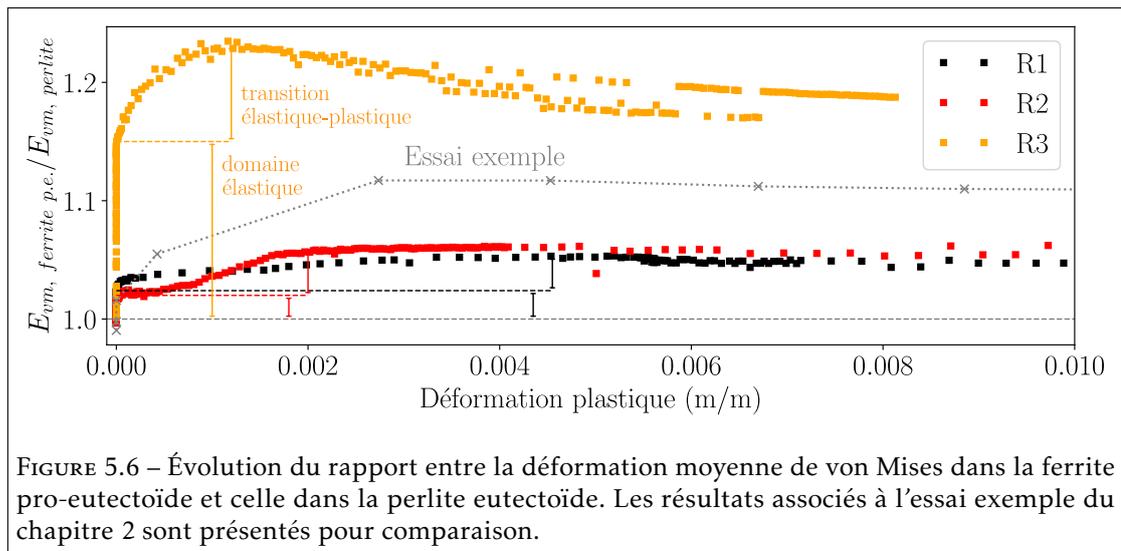
De manière générale, il est vérifié statistiquement que la déformation mesurée en surface est plus élevée dans le constituant ferritique que dans le constituant perlitique, et ce dans les trois éprouvettes. En guise d'illustration, la figure 5.6 trace l'évolution du rapport entre la déformation moyenne de von Mises dans la ferrite pro-eutectoïde et celle dans la perlite eutectoïde en surface des éprouvettes R1, R2 et R3, en fonction de la déformation plastique macroscopique. Premièrement, dans les trois essais, ce rapport est rapidement supérieur à 1, et

3. Dans les cas de R2 et surtout R1, la microstructure plus fine est moins bien résolue par la chaîne de mesure et le constat est plus discutable, que ce soit en fin d'essai ou pendant la propagation des bandes de Piobert-Lüders.

le reste jusqu'à la fin des essais, ce qui signifie bien que la déformation moyenne dans la ferrite pro-eutectoïde est plus élevée que dans la perlite.

Deuxièmement, la courbe associée à R3 est très au-dessus des deux autres ; en détails, la déformation de von Mises moyenne dans la ferrite pro-eutectoïde est environ 20 % plus élevée que celle dans la perlite en surface de R3, contre environ 5 % pour R1 et R2. Cette différence peut provenir d'une différence effective de comportement entre les éprouvettes, mais également être exacerbée par la microstructure plus fine en surface de R1 et R2, qui est moins bien différenciée par la chaîne de mesure. Il convient aussi de remarquer que les résultats s'accompagnent d'une certaine dispersion, comme en témoigne la différence entre ceux associés à l'essai exemple du chapitre 2, présentés sur la même figure pour comparaison, et R3, qui ont pourtant des microstructures similaires. Cette dispersion, qui peut provenir de la réalisation de l'essai, de la chaîne de mesure ou encore de la microstructure en surface et en sous-surface, invite à la prudence.

Troisièmement, pour les trois éprouvettes, la différence mesurée entre les deux constituants se creuse dès le domaine élastique, avant même le début de la transition élastique-plastique macroscopique, tel que mis en évidence par les segments verticaux sur le figure. Elle se stabilise ensuite à la fin de la transition élastique-plastique. Dans le cas de R3, les deux tiers de l'augmentation du rapport des déformations moyennes par constituant sont observés avant que la déformation plastique macroscopique soit positive. Dans le cas de R1 et R2, cela concerne un peu moins de la moitié de l'augmentation. Cette ségrégation précoce de la déformation entre les deux constituants peut provenir des interactions élastiques et/ou des mécanismes de micro-plasticité.



5.2.2 Étude approfondie de l'éprouvette R3, prélevée à cœur

L'éprouvette R3, qui présente la microstructure la plus grossière et donc la plus fidèlement résolue par la chaîne de mesure, et dont le comportement n'est pas parasité par des instabilités plastiques de type propagation de bandes de Piobert-Lüders, a été cartographiée par *EBSD* avant l'essai dans le but d'analyser finement les hétérogénéités de déformation au regard des constituants de la microstructure et de l'orientation cristallographique locale.

La cartographie a été réalisée au centre de la ro1, à grossissement X30, avec une tension

d'accélération de 15 kV, une distance de travail de 20 mm et un pas de mesure de 1 μm , pendant que l'échantillon était incliné à 70°. Elle couvre une surface de $2.52 \times 2.28 \approx 5,75 \text{ mm}$. Elle peut raisonnablement être considérée comme représentative de la ROI car i) elle couvre 29 % de la surface de cette dernière, ii) la répartition des constituants dans la zone cartographiée par EBSD (81 % de perlite) est très proche de celle dans la ROI (80 % de perlite), et iii) la déformation de von Mises moyenne en fin d'essai dans la zone cartographiée par EBSD est égale à celle dans la ROI à $6 \times 10^{-5} \text{ m/m}$ près.

La cartographie repositionnée dans le référentiel de la CIN a été segmentée avec une valeur seuil de désorientation $\theta_s = 8^\circ$, suivant la procédure détaillée dans le chapitre 2, sous-section 2.2.3. Les mesures ne révèlent pas de texture cristallographique. Une région agrandie de la cartographie EBSD est présentée sur les figures 5.7c (grains attribués au constituant ferritique) et 5.7d (« grains » attribués au constituant perlitique). La micrographie optique et le réseau de désorientation de cette même région agrandie sont également affichés sur les figures 5.7a et 5.7b. L'attribution des « grains » aux deux constituants apparaît satisfaisante. Cependant, on remarque que certains grains de ferrite pro-eutectoïde, mis en évidence par les ellipses rouges, ont une orientation cristallographique très proche de la perlite environnante. Ainsi, les frontières de ces grains sont indiscernables par l'algorithme de segmentation, et cela entraîne quelques erreurs locales. Il est néanmoins possible d'isoler les « grains » sujets à ces erreurs en identifiant les « grains » dont la fraction de pixels correspondant au domaine d'attribution est inférieure à une valeur (arbitraire) bien choisie.

En conséquence, sont exclus de l'analyse à venir : i) les grains dont l'aire est inférieure à un élément de mesure (16x16 pixels), ii) les grains qui sont constitués ou entourés de plus de 25 % de pixels non indexés, similairement à l'analyse statistique en surface de l'éprouvette à microstructure perlitique, et iii) les grains dont la fraction de pixels correspondant au domaine d'attribution est inférieure à 75 %. La segmentation contient alors 1633 « grains », dont 706 attribués à la ferrite pro-eutectoïde et 927 à la perlite eutectoïde. La figure 5.7e présente la taille et l'orientation cristallographique⁴ de ces 1633 « grains » segmentés sous forme de boîte à moustaches. Ce type de représentation permet de fournir un aperçu visuel des distributions correspondantes, en renseignant notamment les quartiles. Ainsi, 50 % des grains de ferrite pro-eutectoïde segmentés ont un diamètre de Féret maximum compris entre 40 μm (premier quartile) et 87 μm (troisième quartile), contre 35 μm et 89 μm pour les « grains » de perlite. Ainsi, suivant ce paramètre, les grains de ferrite pro-eutectoïde sont globalement de même taille que ceux de perlite. Cela peut légitimement paraître surprenant, puisqu'ils représentent $706/1633 = 43 \%$ des « grains » segmentés mais occupent seulement 19 % de l'aire de la surface cartographiée par EBSD, comme précisé précédemment. L'explication réside dans certains « grains » de perlite qui possèdent une aire très grande : par exemple, les 50 plus gros occupent à eux seuls 37 % de l'aire de la surface cartographiée par EBSD. C'est pour cette raison que la moyenne de l'aire des « grains » de perlite segmentés est bien supérieure à la médiane. Concernant l'orientation cristallographique initiale par rapport à la direction de traction, les statistiques exhibent une différence marginale entre les deux constituants de la microstructure. Pour finir, il est intéressant de noter que, en moyenne, à la fois les grains de ferrite pro-eutectoïde et de perlite sont entourés à 34 % par de la ferrite pro-eutectoïde et à 64 % par de la perlite (les 2 % restants correspondent à des pixels non indexés).

La figure 5.8a présente la déformation de von Mises moyenne par « grain » pour les 1633 « grains » segmentés en surface de l'éprouvette R3, à partir des champs de déformation mesurés

4. Le facteur de Schmid maximum est calculé en considérant uniquement les systèmes de glissement $\{110\}\langle 111 \rangle$ et $\{112\}\langle 111 \rangle$.

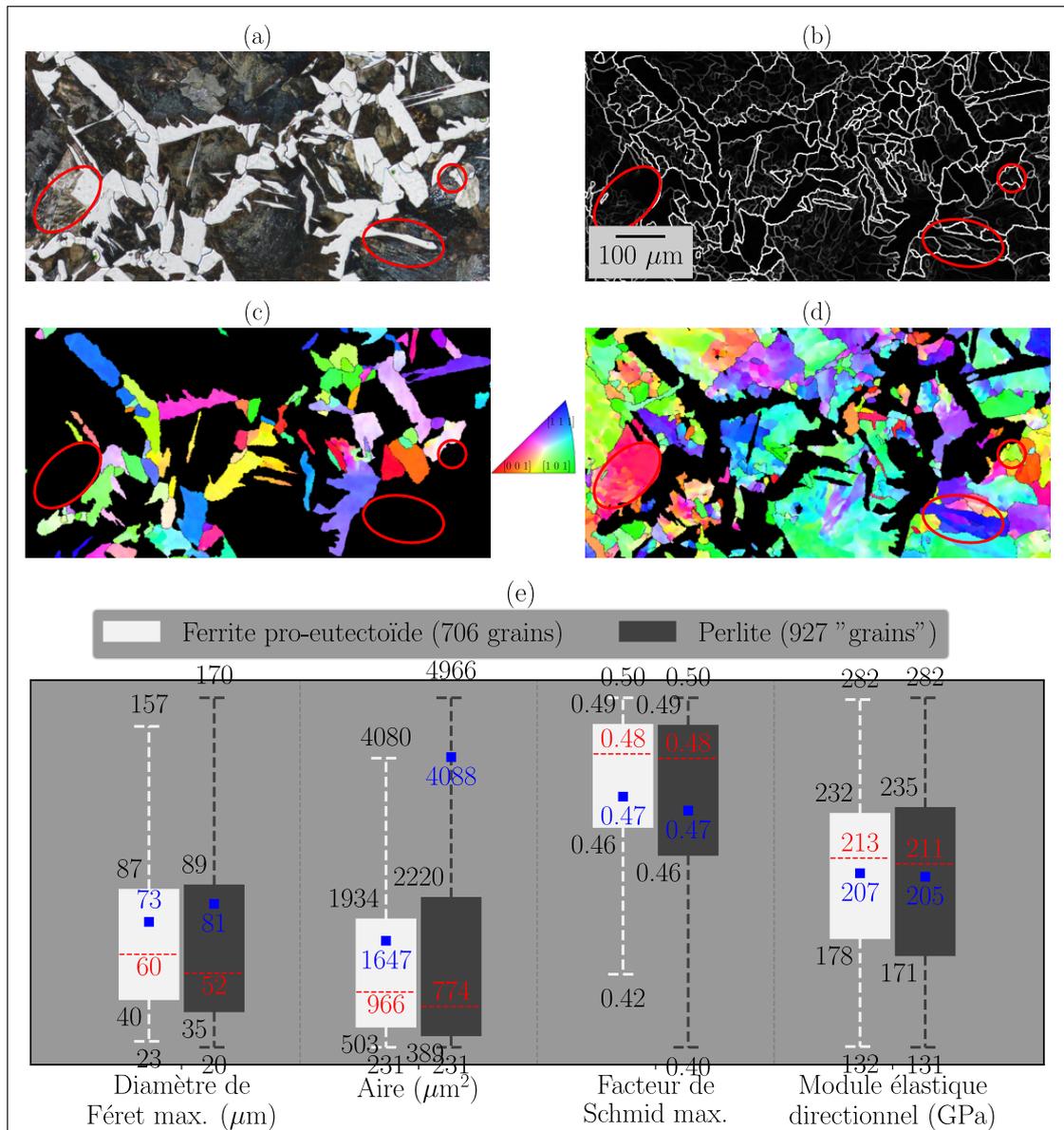
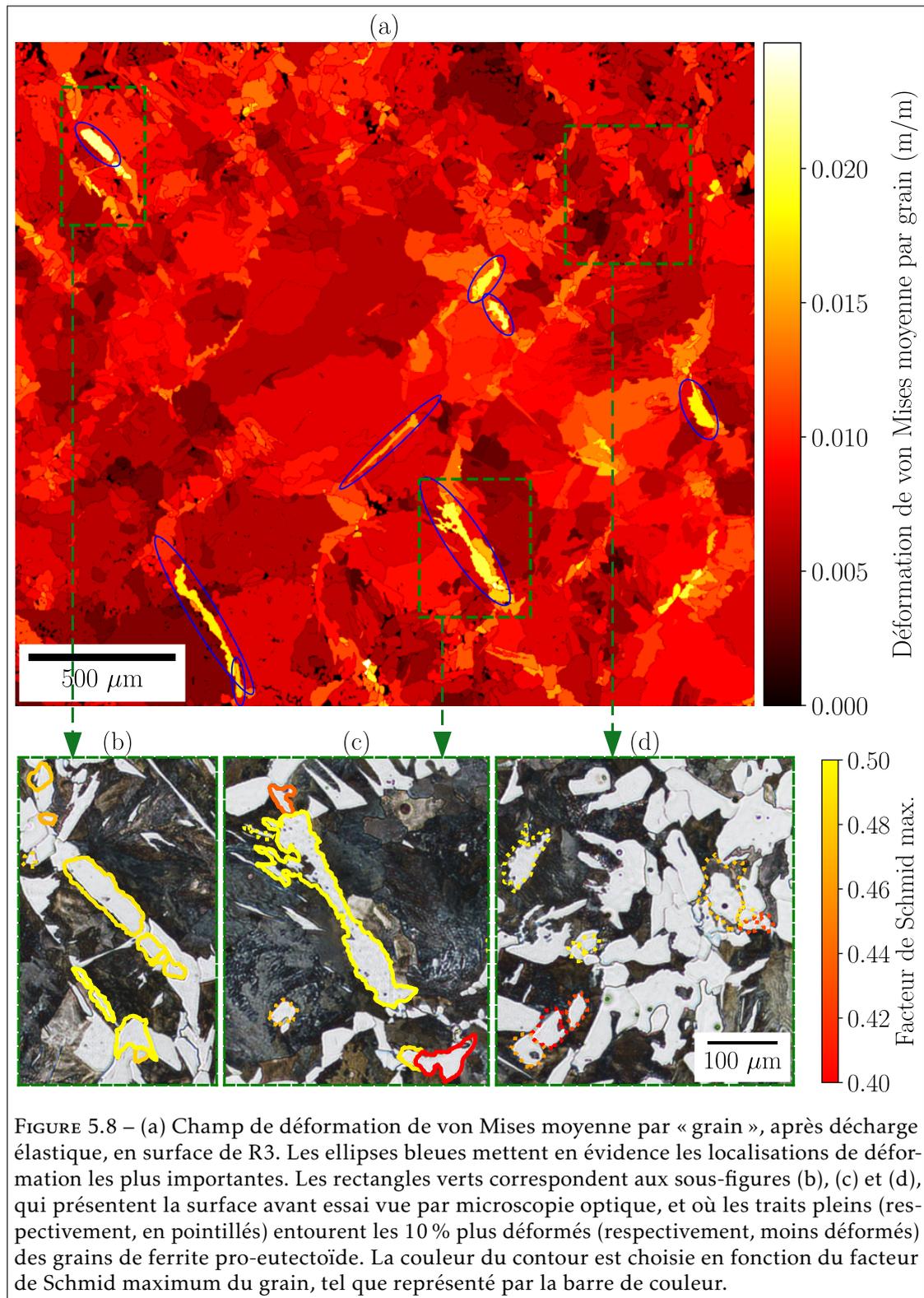


FIGURE 5.7 – (a) Micrographie optique repositionnée d'une région agrandie de la cartographie EBSD de l'éprouvette R3. (b) Réseau de désorientation de cette région agrandie. (c) et (d) Cartographies IPF [001] de la ferrite pro-eutectoïde et de la perlite, respectivement, dans cette région agrandie. Les annotations sont commentées dans le corps du texte. (e) Statistiques de la microstructure segmentée de l'éprouvette R3, présentées sous forme de boîte à moustaches. De bas en haut (lorsque la médiane est inférieure à la moyenne), les valeurs indiquent $Q_{0.25} - 1.5IQ$, $Q_{0.25}$, la médiane (ligne rouge), la moyenne (carré bleu), $Q_{0.75}$ et $Q_{0.75} + 1.5IQ$, où $Q_{0.25}$ et $Q_{0.75}$ sont respectivement les premier et troisième quartile, et IQ est l'écart interquartile $Q_{0.75} - Q_{0.25}$.

après décharge élastique ($E_{x,F} = 0,8\%$). Le champ obtenu est encore très hétérogène : il révèle certains grains qui ont localisé la déformation et dont la déformation moyenne calculée est presque trois fois supérieure à la déformation appliquée. Ces derniers, qui sont mis en évidence par des ellipses bleues sur la figure, sont des grains de ferrite pro-eutectoïde, en accord avec les observations précédentes. Cette affirmation est illustrée pour deux d'entre eux sur les figures 5.8b et 5.8c, qui présentent la surface avant essai vue par microscopie optique. Ces grains qui ont localisé la déformation pendant l'essai sont entourés en traits pleins, dont la couleur dépend de leur facteur de Schmid maximum. Il apparaît que la déformation a localisé dans des grains de ferrite pro-eutectoïde qui était à la fois i) plutôt grands et allongés, ii) inclinés par rapport à la direction de sollicitation, iii) dont l'orientation cristallographique initiale favorisait le glissement selon le facteur de Schmid maximum et iv) avec de la perlite de part et d'autre (typiquement, au niveau d'anciens joints de grains austénitiques). Ces observations se vérifient sur ces deux exemples mais se généralisent à tous les grains entourés par des ellipses bleues sur la figure 5.8a. Il est intéressant de noter que ces grains faisaient déjà partie des 10 % des grains les plus déformés pendant la transition élastique-plastique (non montrée). Ceci est en accord avec les discussions précédentes où il a été mentionné que la déformation s'est accumulée pendant l'essai au niveau des premières hétérogénéités mesurées. Ainsi, ces grains, qui ont plastifié tôt, semblent avoir contribué à la plastification macroscopique précoce de l'éprouvette.

À l'opposé, les grains de ferrite pro-eutectoïde qui appartiennent aux 10 % des grains les moins déformés sont entourés en traits pointillés sur les figures 5.8b, 5.8c et 5.8d. Cette dernière sous-figure représente en particulier une zone qui s'est relativement peu déformée, et qui est pourtant constituée de nombreux grains de ferrite pro-eutectoïde (de petite taille). Il s'agit d'une preuve qu'un agrégat de ferrite pro-eutectoïde ne va pas nécessairement localiser la déformation. Dans cet exemple, cela peut provenir des interactions moindres avec le constituant perlitique, mais également de la taille relativement petite des grains, qui équivaut à la présence de nombreux joints de grains et donc d'obstacles au mouvement des dislocations. Par conséquent, cela renforce l'idée que la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde joue un rôle aussi important que la fraction des constituants, comme en témoigne la limite élastique similaire entre R1 et R2 (i.e. l'augmentation de la fraction de ferrite pro-eutectoïde en surface de R1 est compensée par la plus petite taille de la microstructure). Pour finir, concernant le constituant perlitique, aucune différence n'a été identifiée visuellement entre les « grains » appartenant aux 10 % les plus déformés et ceux aux 10 % les moins déformés.

Par conséquent, la corrélation de rang de Spearman a été utilisée afin de quantifier l'influence de différents paramètres (taille, orientation cristallographique, environnement en surface) sur la déformation de von Mises moyenne par « grain », similairement aux analyses statistiques présentées dans les chapitres 3 et 4. Le tableau 5.1 présente les résultats de ces analyses de corrélation (coefficient de corrélation ρ et valeur-p associée, suivant l'hypothèse H_0 « les ensembles de données ne sont pas corrélés »), sur les constituants ferritique et perlitique, pour les champs de déformation mesurés en surface de l'éprouvette R3 après décharge élastique ($E_{x,F} = 0,8\%$). Par rapport au risque d'erreur $\alpha = 0.01$ fixé dans ce manuscrit, peu de paramètres peuvent être considérés comme statistiquement significatifs (valeur-p inférieure à α). Concernant la ferrite pro-eutectoïde, seul le facteur de Schmid maximum présente une (faible) corrélation (positive) statistique. Concernant la perlite, les résultats mettent en évidence la (faible) influence du facteur de Schmid maximum (corrélation positive) et de l'environnement à travers les fractions de « grains » voisins en surface appartenant aux constituants ferritique (corrélation positive) ou perlitique (corrélation négative). En revanche, indépendamment du constituant (ferritique ou perlitique), l'hypothèse H_0 ne peut pas être rejetée pour les paramètres que sont le diamètre de Féret maximum, l'aire et le module élastique directionnel, et dans le cas spécifique de la ferrite



pro-eutectoïde, les valeurs-p associées à l'environnement des grains sont également supérieures à α , bien que relativement faibles. Avant de les commenter, il est précisé que ces résultats sont valables pour tous les instants de l'essai à partir de la fin du domaine élastique macroscopique. De plus, similairement aux précédents chapitres, la faiblesse des corrélations mesurées accuse l'influence de la microstructure non connue sous la surface, de la structure lamellaire perlitique non prise en compte, et plus globalement de l'état de contrainte local.

	Ferrite pro-eutectoïde		Perlite eutectoïde	
	ρ	valeur-p	ρ	valeur-p
Diamètre de Féret max.	0.02	0.592	-0.06	0.050
Aire	0.04	0.242	-0.07	0.040
Facteur de Schmid max.	0.16	<0.001	0.10	0.001
Module élastique directionnel	-0.09	0.017	-0.06	0.057
Fraction de grains voisins de ferrite pro-eutectoïde	0.09	0.019	0.10	0.001
Fraction de « grains » voisins de perlite eutectoïde	-0.08	0.027	-0.10	0.003

TABLEAU 5.1 – Résultats de corrélation de Spearman (coefficient de corrélation ρ et valeur-p associée) entre la déformation de von Mises moyenne par « grain » en surface de l'éprouvette R3, après décharge élastique ($E_{x,F} = 0,8\%$), et différents paramètres, pour les constituants ferritique et perlitique. Les résultats pour lesquels la valeur-p calculée est inférieure au risque d'erreur $\alpha = 0.01$ (i.e. statistiquement significatifs) sont mis en évidence en gras.

Ces résultats soulèvent trois principaux points de discussion. Premièrement, comme pour les analyses des précédents chapitres, aucune corrélation n'est mesurée entre la déformation moyenne par « grain » (pour les deux constituants) et les paramètres se rapportant à la taille des « grains » segmentés. Dans le cas du constituant ferritique, ce résultat contraste avec l'impression donnée par la figure 5.8, qui laissait supposer que la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde a un impact sur la (non) localisation de la déformation. Il est ainsi intéressant de noter que la localisation préférentielle dans les gros grains de ferrite pro-eutectoïde a déjà été rapportée dans la littérature dans le cas de microstructures « voisines » ferrite – martensite (ferrite ductile associée à un constituant plus résistant) [Tas+14]. Dès lors, il convient de se demander si l'analyse statistique d'une éventuelle corrélation entre la taille de grain et la déformation locale n'est pas biaisée de manière trop importante par l'exclusion des grains de petite taille? Dans le cas de l'essai sur l'éprouvette de fer pur recristallisée, cette réserve avait été rejetée. Toutefois, l'essai étudié dans cette sous-section présente de nombreuses différences (caractère non équi-axe de la ferrite pro-eutectoïde, microstructure plus fine, ratio signal/bruit plus élevé). Finalement, la question reste en suspens.

Deuxièmement, les résultats non statistiquement significatifs relevés dans cet essai avec le module élastique directionnel, ferrite pro-eutectoïde et perlite confondues, ne rejoignent pas ceux des précédents chapitres, où l'anisotropie élastique des cristaux avait été mise en avant. Cela peut paraître d'autant plus surprenant que les hétérogénéités de déformation en surface de R3 apparaissent dès le domaine élastique, comme discuté précédemment. Cela signifie que soit i) les interactions élastiques entre constituants prennent le pas sur l'anisotropie élastique des cristaux, et/ou ii) ces premières hétérogénéités de déformation sont déjà la conséquence de mécanismes

(micro-)plastiques. Cette dernière interprétation est renforcée par la (faible) corrélation mesurée avec le facteur de Schmid maximum, ce qui expliquerait également pourquoi un modèle de plasticité cristalline permet de reproduire plus fidèlement les hétérogénéités de déformation mesurées expérimentalement qu'un modèle élasto-plastique isotrope [IA21]. Néanmoins, cela n'invalide pas complètement pour autant la première interprétation, comme discuté davantage dans la prochaine sous-section 5.2.3.

Troisièmement, les constituants ferritique et perlitique offrent des résultats légèrement différents concernant les critères se rapportant à l'environnement des « grains ». Cette différence se situe au niveau des valeurs- p , qui sont un ordre de grandeur inférieures dans le cas des « grains » de perlite, malgré des coefficients de corrélation similaires. D'une part, cela suggère qu'il existe une (faible) corrélation positive (respectivement négative) entre la fraction de grains voisins de ferrite pro-eutectoïde (perlite) en surface et la déformation moyenne des « grains » de perlite. En d'autres termes, la perlite entourée de grains de ferrite pro-eutectoïde va être plus susceptible de se déformer, en accommodant la déformation environnante, que la perlite entourée d'autres nodules de perlite, qui va se comporter comme un agrégat résistant. D'autre part, les valeurs- p plus élevées associées aux grains de ferrite pro-eutectoïde sont expliquées avec les contre-exemples suivants, issus des observations précédentes : plusieurs grains certes entourés de perlite mais ayant d'autres caractéristiques (grands grains allongés et inclinés) ont localisé la déformation, et à l'inverse, des grains entourés d'autres grains de ferrite pro-eutectoïde ont formé une zone peu déformée.

5.2.3 Discussions

L'étude combinée du comportement macroscopique de trois éprouvettes avec différentes microstructures ferrito-perlitiques (fraction des constituants, taille des grains de ferrite pro-eutectoïde et des nodules de perlite), des champs locaux de déformation mesurés en surface et de la déformation moyennée par « grain » dans le cas de R3 (microstructure la plus grossière) permet d'affirmer les points suivants :

- La fraction des constituants et la taille de la microstructure jouent un rôle important dans la plastification (localisations plastiques plus ou moins précoces) et le comportement pendant la transition élastique-plastique (propagation de la déformation plastique), mais ont un impact limité sur l'écroutissage de l'éprouvette (associé à l'accumulation de la déformation dans les zones précédemment déformées), dans les intervalles de microstructure et de déformation appliquée considérés.
- La déformation moyenne dans la ferrite pro-eutectoïde est plus élevée que celle dans la perlite, en accord avec [IK77; KL75; Pau+19].
- Les localisations de déformation se produisent en grande majorité dans la ferrite pro-eutectoïde, en accord avec [Pau+19]. Une analyse détaillée en surface de R3 met en évidence les grains de grande taille, allongés, inclinés par rapport à la direction de sollicitation, prédisposés au glissement et entourés de perlite de part et d'autre comme sites préférentiels de localisation de la déformation.
- Néanmoins, la perlite se déforme plastiquement et est même susceptible de localiser la déformation, en accord avec [IK77; KL75; Pau+19]. La prédisposition au glissement et l'environnement ont été identifiés statistiquement comme deux paramètres influençant la déformation locale au sein des nodules de perlite⁵.

5. La structure lamellaire n'a pas été prise en compte et son influence, pourtant rapportée dans [Ber+15; IA21], n'a pas été étudiée dans ces essais.

De plus, il a été mentionné à de nombreuses reprises dans cette section que les localisations de déformation prennent la forme de bandes inclinées et que, en conséquence, la distribution spatiale de la déformation plastique construit une structure inclinée. Cette impression ressort également de l'étude de [VH22], tel que visualisable sur la figure 5.1. Cette observation provient certainement de la nature du glissement dans la ferrite (pro-eutectoïde et eutectoïde), où les systèmes de glissement les plus contraints sont inclinés géométriquement par rapport à la direction de sollicitation. Hama et. al. ont notamment conclu que la direction des bandes de déformation dans un acier bas-carbone monophasé est corrélée avec les plans où la contrainte de cisaillement est maximale [Ham+21]. Néanmoins, cette direction semble d'autant plus privilégiée que la ferrite interagit avec une seconde phase plus résistante. En effet, les champs locaux de déformation observés en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisé (cf figure 3.5) s'y accordent de manière moins convaincante que ceux observés en surface de l'éprouvette perlitique (voir figure 4.7), en surface des éprouvettes sollicitées dans cette section, et en surface d'éprouvettes à microstructure ferrite – bainite ou ferrite – martensite tel qu'observé dans la littérature [Ish+15; Oh+21; Tas+14; YTR15].

À ce titre, Vermeij et Hoefnagels ont conclu sur l'importance de considérer les interactions entre la ferrite pro-eutectoïde et la perlite [VH22]. Cette affirmation est illustrée par l'étude de Isavand et Assempour qui ont décrit la formation des bandes de localisation comme suit : l'initiation se produit au niveau des interfaces entre les fins chemins de ferrite pro-eutectoïde piégés entre deux colonies de perlite, et la coalescence nécessite la transmission de la déformation aux grains et colonies voisins [IA21]. Cette description convient parfaitement aux grains de ferrite pro-eutectoïde qui ont localisé la déformation en surface de R3 (ellipses bleues sur la figure 5.8a), qui sont allongés et entourés de perlite, initiant ainsi la déformation (en générant des dislocations aux frontières par exemple), et à la fois de grande taille et avec un facteur de Schmid maximum élevé, permettant le mouvement facile des dislocations à travers le grain. Ces grains, nombreux en surface de l'éprouvette R3, sont ainsi soupçonnés d'avoir contribué à la plastification précoce de l'éprouvette.

Pour terminer, un point non résolu est la contribution des interactions élastiques entre la ferrite pro-eutectoïde et la perlite dans l'apparition des premières hétérogénéités de déformation. Cette contribution a été questionnée à deux reprises dans cette section en compétition avec les mécanismes de micro-plasticité. Ces derniers sont mis en avant dans le paragraphe précédent et par la (faible) corrélation mesurée avec le facteur de Schmid maximum. Cependant, Watanabe et. al., qui ont modélisé et simulé fidèlement le comportement mécanique macroscopique de microstructures ferrito-perlitiques à l'aide d'une méthode éléments finis multi-échelle, ont calculé des coefficients élastiques plus élevés au sein des colonies de perlite que dans les grains de ferrite pro-eutectoïde⁶ [Wat+12]. Cela expliquerait pourquoi le rapport de la déformation moyenne dans la ferrite pro-eutectoïde sur celle dans la perlite eutectoïde, présenté sur la figure 5.6, est rapidement supérieur à 1 dès le domaine élastique, et ce pour les trois éprouvettes R1, R2 et R3.

6. Par exemple, les composantes diagonales du tenseur de rigidité utilisé pour les colonies de perlite ont été calculées égales à $C_{1111} = 302$ GPa, $C_{2222} = 313$ GPa et $C_{3333} = 292$ GPa, à l'aide d'une analyse éléments finis d'un volume élémentaire représentatif d'une colonie de perlite, construit avec des lamelles de ferrite eutectoïde et de cémentite dont l'épaisseur respecte la règle des leviers. À titre de comparaison, le coefficient de rigidité diagonal utilisé pour calculer le module élastique directionnel de la ferrite pro-eutectoïde et eutectoïde dans ce travail a été choisi égal à $C_{11} = 228$ GPa, tel que présenté dans l'annexe C.

Bilan de la section

Trois éprouvettes prélevées à différentes profondeurs sous la portée de calage d'un axe obtenu par refoulement à chaud (microstructures ferrito-perlitiques) ont été sollicitées en traction monotone, sous conditions quasi-statiques, jusqu'à environ 2 % de déformation appliquée. Ces éprouvettes présentent différentes fractions de constituants et tailles de grain de ferrite pro-eutectoïde et de nodules de perlite. Des hétérogénéités de déformation locale ont été mesurées en surface dès le domaine élastique. Il a été suggéré que ces hétérogénéités sont imputables à la fois aux interactions élastiques entre les deux constituants et aux mécanismes de micro-plasticité. Ces derniers sont observés préférentiellement dans les grands grains de ferrite pro-eutectoïde allongés, inclinés, prédisposés au glissement et piégés entre deux colonies de perlite. Cela explique la plastification précoce de l'éprouvette prélevée à cœur qui présentait un grand nombre de ces « points faibles ». Dans cette éprouvette, l'augmentation de la déformation appliquée s'est traduite par la localisation et l'accumulation de la déformation au niveau de ces premières hétérogénéités. Dans l'éprouvette prélevée en sous-surface, avec les plus petits grains et la plus grande fraction de ferrite pro-eutectoïde, la transition élastique-plastique a été caractérisée par un plateau de contrainte résultant de la propagation en surface de bandes de Piobert-Lüders. Un comportement hybride a été observé en surface de l'éprouvette prélevée à profondeur intermédiaire. Dans les trois éprouvettes, l'accumulation de la déformation au niveau des premières localisations plastiques a marqué le début du plein écrouissage de l'éprouvette. De plus, la distribution spatiale de la déformation plastique a construit une structure inclinée. À l'échelle des constituants de la microstructure, la déformation moyenne a été mesurée plus élevée dans la ferrite pro-eutectoïde tout au long de l'essai, ce qui n'empêche pas la perlite de se déformer plastiquement et de localiser ponctuellement la déformation. Une analyse statistique a révélé que les nodules de perlite susceptibles de se déformer sont ceux prédisposés au glissement et entourés de grains de ferrite pro-eutectoïde. Cependant, le rôle de la structure lamellaire perlitique, non étudié dans cette section, n'est a priori pas à négliger.

5.3 Essais instrumentés sur éprouvettes élaborées en laboratoire : influence de la distance interlamellaire perlitique

La section précédente s'est intéressée à l'influence de la fraction et de la taille des constituants sur les mécanismes et hétérogénéités de déformation de microstructures ferrito-perlitiques. Un autre paramètre important est la distance interlamellaire du constituant perlitique. C'est précisément l'objet de cette section que d'étudier son impact.

Afin d'explorer les différences de comportement résultant d'un large spectre de distances interlamellaires perlitiques, deux éprouvettes de traction, notées I et J, ont été extraites par électro-érosion de barreaux de nuance ER7 ($0,52\%_m\text{C} - 0,34\%_m\text{Si} - 0,7\%_m\text{Mn}$) dont la microstructure a été élaborée avec le simulateur thermomécanique Gleeble, à l'issue de la campagne d'élaboration de microstructures ferrito-perlitiques présentée dans le chapitre 1, sous-section 1.2.2. L'extraction des éprouvettes est visualisable sur la figure 5.9a. Pour rappel, les deux cycles thermiques sont composés d'un traitement d'austénitisation à 1200°C pendant 5 min, d'un maintien isotherme à 700°C pendant 140 min et d'un refroidissement rapide jusqu'à température ambiante pour l'éprouvette I ($\approx -2^\circ\text{C}\cdot\text{s}^{-1}$) et d'un second maintien isotherme à 675°C

pendant 5 min suivi d'un refroidissement jusqu'à température ambiante pour l'éprouvette J (description détaillée dans le chapitre 1, tableau 1.9). Cette distinction en fin de cycle a pour objectif de produire des microstructures avec différents espacements interlamellaires en surface des éprouvettes I (formation de perlite fine) et J (formation de perlite relativement grossière), tel que discuté dans le chapitre 1.

Microstructure en surface

La microstructure ferrito-perlitique en surface des éprouvettes I et J avant essai, observée par microscopie optique, est présentée sur les figures 5.9b et 5.9c respectivement. Différentes régions sont révélées par l'attaque chimique⁷, caractérisées par différents niveaux de gris moyens. Une session d'acquisition d'images MEB, représentées par les rectangles de couleur sur les mêmes figures, a permis de mettre en évidence que ces différences de niveaux de gris sont en partie⁸ la conséquence de différences d'espacement interlamellaire dans le constituant perlitique, et ce pour les deux éprouvettes I et J. En effet, les régions associées à des structures lamellaires plus fines présentent en moyenne une rugosité plus importante après attaque chimique, donc réfléchissent moins de rayons lumineux en direction de la caméra et apparaissent plus foncées en configuration champ clair. Inversement, les régions associées à une distance interlamellaire moyenne plus grande présentent en moyenne une rugosité moindre, donc réfléchissent plus de rayons lumineux et apparaissent plus claires dans la même configuration.

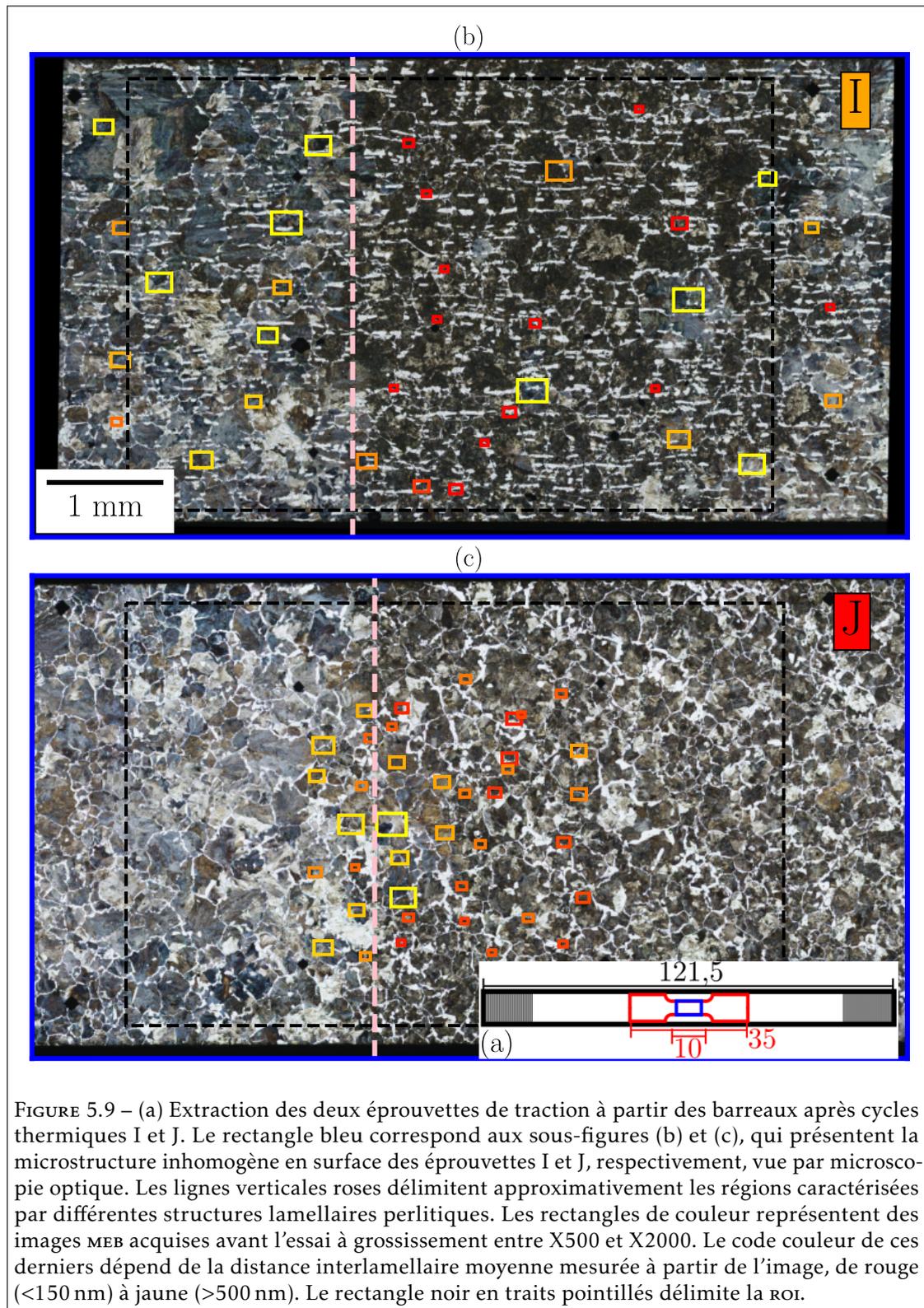
En détails, sont observées en surface de l'éprouvette I de la gauche vers la droite sur la figure 5.9b : une région (claire) associée à une structure lamellaire perlitique très grossière (distance interlamellaire $\lambda \approx 400-500$ nm), puis une région (sombre) constituée de perlite fine ($\lambda < 150$ nm) ainsi que de quelques îlots de perlite très grossière ($\lambda \approx 400-500$ nm), et enfin une région mixte. Similairement, sont observées en surface de l'éprouvette J de la gauche vers la droite sur la figure 5.9c⁹ : une région (claire) constituée de perlite très grossière ($\lambda \approx 400-500$ nm) puis une région (plus sombre) constituée de perlite relativement grossière ($\lambda \approx 200-250$ nm). Cette variété d'espacement interlamellaire perlitique est illustré sur la figure 5.10. En complément, quelques micrographies électroniques de la structure lamellaire perlitique en surface des éprouvettes I et J sont présentées sur la figure F.1 en annexe.

Une telle hétérogénéité d'espacement interlamellaire en surface des éprouvettes I et J n'avait pas été anticipée à l'issue du chapitre 1, où la température pendant les cycles thermiques dans la région centrale des barreaux avait été considérée comme homogène en première approche. Toutefois, les microstructures élaborées avaient été obtenues en jouant finement sur la plage de températures de transformation isotherme pour former de manière contrôlée la ferrite proeutectoïde et la perlite. Or, cette plage de températures est du même ordre de grandeur que celle qui avait été observée entre le thermocouple placé au milieu des barreaux et ceux positionnés à ± 5 mm lors des traitements thermiques effectués. En effet, il est rappelé que la température à proximité des mors est inférieure à celle au milieu du barreau, et ce pendant l'ensemble du cycle thermique, à cause du refroidissement assuré par les mors du système Gleeble pendant les cycles.

7. La durée d'attaque (≈ 10 s) est pourtant homogène sur toute la surface.

8. L'orientation cristallographique des nodules de perlite a également une influence sur les niveaux de gris : par exemple, les nodules pour lesquels une direction de type $\langle 100 \rangle$ est parallèle à la direction normale à la surface de l'éprouvette sont plus résistants à l'attaque chimique [Uly+13].

9. Seule la région centrale de la ROI a été imagée au MEB concernant l'éprouvette J, mais les observations peuvent facilement être extrapolées au reste de la surface (niveaux de gris de la micrographie optique, images acquises après essai).



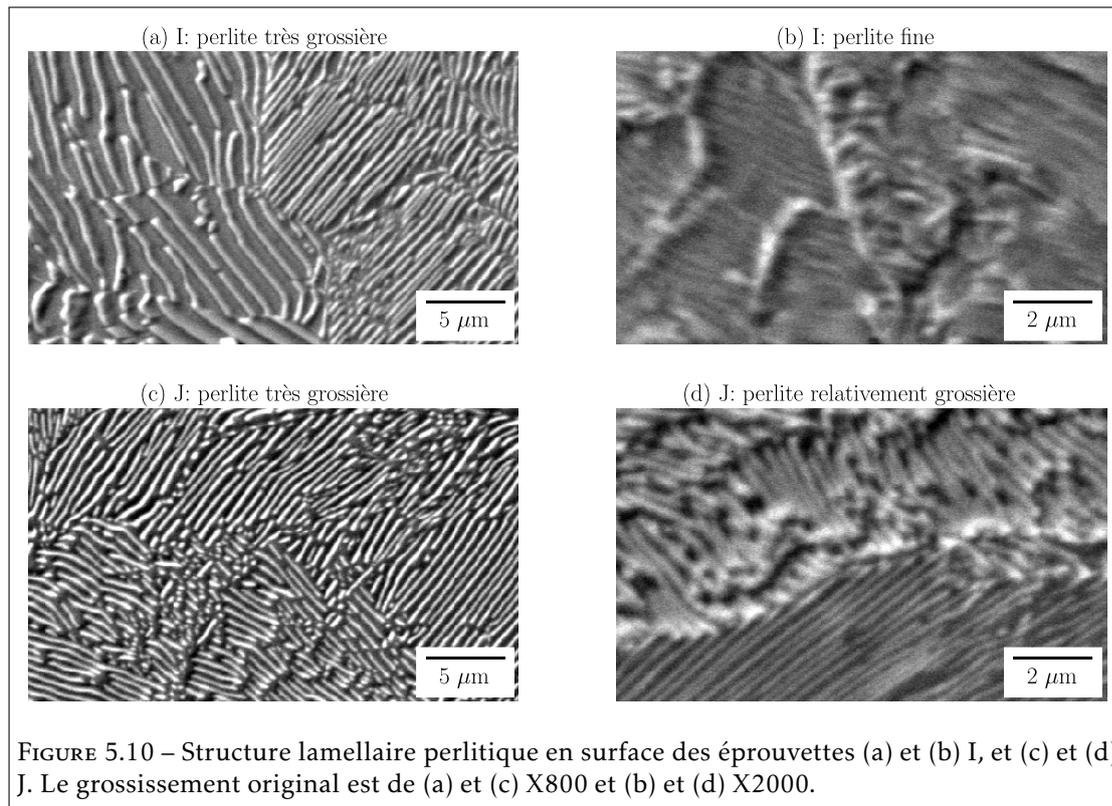


FIGURE 5.10 – Structure lamellaire perlitique en surface des éprouvettes (a) et (b) I, et (c) et (d) J. Le grossissement original est de (a) et (c) X800 et (b) et (d) X2000.

Ainsi, dans les cycles thermiques I et J, lors du maintien isotherme pendant 140 min à la température consigne de 700°C, seul le milieu du barreau (où le thermocouple mesure la température et asservit la machine) est à cette température, mais la matière de part et d'autre est à une température légèrement inférieure, ce qui va permettre la transformation complète de l'austénite en ferrite pro-eutectoïde et perlite (très grossière) à l'issue du maintien. En revanche, au milieu du barreau¹⁰, seule la ferrite pro-eutectoïde accompagnée de quelques îlots de perlite (très grossière) est observée à l'issue du maintien isotherme, et le reste de l'austénite se transforme en perlite fine pendant le refroidissement rapide de l'éprouvette I jusqu'à température ambiante, et en perlite relativement grossière pendant le second maintien isotherme de l'éprouvette J à 675°C.

En conséquence, un large spectre de structures lamellaires perlitiques est obtenu en surface des éprouvettes I et J. Cette hétérogénéité d'espacement interlamellaire est principalement le résultat du gradient de température ressenti par les barreaux pendant les cycles thermiques, ce qui souligne les limites de l'hypothèse initiale selon laquelle la température au milieu des barreaux est considérée comme homogène en première approche. Néanmoins, cette hétérogénéité microstructurale est intéressante du point de vue de l'étude des hétérogénéités et localisations de la déformation monotone.

Concernant les autres paramètres microstructuraux, dans la roi de l'éprouvette I, la fraction de ferrite pro-eutectoïde (perlite, respectivement) est égale à 11 % (89 %) et la taille des anciens

10. Le milieu du barreau ne correspond pas au milieu de la roi, comme visualisé sur les sous-figures 5.9b et 5.9c : ce décentrage provient probablement de l'étape d'usinage (sous-traitée).

grains austénitiques est estimée égale à 210 μm . De plus, de manière non anticipée, la ferrite pro-eutectoïde a crû suivant la direction horizontale (future direction de sollicitation). Dans la ROI de l'éprouvette J, la fraction de ferrite pro-eutectoïde (perlite, respectivement) est égale à 14 % (86 %) et la taille des anciens grains austénitiques est estimée égale à 180 μm . La ferrite pro-eutectoïde n'a pas de direction privilégiée. L'impact de cette différence entre les deux éprouvettes est incertain. Néanmoins, les résultats de corrélation présentés ci-après suggèrent que la principale disparité microstructurale entre les éprouvettes I et J est l'espacement lamellaire perlitique.

5.3.1 Résultats de corrélation

Les deux éprouvettes ont été sollicitées en traction monotone, à température ambiante et en conditions quasi-statiques ($\dot{\epsilon} \approx 2,5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$), jusqu'à environ 6 % de déformation appliquée. Les essais se sont conclus par une décharge élastique. Comme précédemment, les essais ont été instrumentés avec l'acquisition continue ($\approx 6 \text{ FPS}$) d'images de la surface des éprouvettes avec la caméra Ximea CB500MG et l'objectif Laowa Ultra Macro 25 mm (grossissement X5, ouverture f/4), et les champs cinématiques ont été calculés à nouveau avec `yadics` en utilisant une taille d'élément de 16x16 pixels et un filtre médian de taille 5¹¹.

Du fait de l'hétérogénéité prononcée de la microstructure en surface des éprouvettes I et J, la déformation a été localisée dans la région associée à la structure lamellaire perlitique la plus grossière (dans la partie gauche de la ROI), appelée par la suite **région faible**¹², pour les deux éprouvettes. En conséquence, sur les courbes contrainte-déformation tracées sur la figure 5.11a, E_x représente la déformation axiale moyenne sur la ROI, et non pas la déformation axiale mesurée par la méthode homogène de `yadics` qui n'est pas appropriée pour rendre compte d'une telle hétérogénéité. De plus, contrairement aux courbes macroscopiques de la section précédente, les pentes dans le domaine élastique des courbes I (189 GPa) et J (203 GPa) ne sont pas trop éloignées l'une de l'autre, et du module de Young de référence des aciers. Pour cette raison, les résultats peuvent être analysés en considérant directement la déformation axiale totale E_x , et non plus la déformation plastique macroscopique.

Champs locaux de déformation en surface

Les courbes contrainte-déformation dévoilent un comportement très similaire, et sans plateau de contrainte, pour les éprouvettes I et J jusqu'à environ 0,5 % de déformation appliquée. Les limites d'élasticité conventionnelles évaluées sont égales à 352 MPa et 345 MPa respectivement. Ensuite, la courbe I se positionne au dessus de J, i.e. l'éprouvette I s'écroute plus, jusqu'à environ 3 % de déformation appliquée. Cependant, dans la dernière partie de l'essai, la contrainte stagne puis diminue à cause du début de striction de la région faible de I (preuves sur les figures 5.11h et 5.11i), et la courbe J finit par repasser au dessus de I. Les champs de déformation de von Mises en surface des deux éprouvettes, normalisés par rapport à la valeur moyenne sur la ROI, sont présentés pour différentes valeurs de déformation appliquée sur les figures 5.11c, 5.11d, 5.11e, 5.11f et 5.11h.

11. À noter que, dans le cas de l'essai I, la texture du mouchetis a été sévèrement dégradée dans une zone très déformée, empêchant à cet endroit la bonne convergence de l'algorithme de `CIN` avec ces paramètres de corrélation à partir d'environ 5 % de déformation appliquée. Néanmoins, l'utilisation d'éléments de 32x32 pixels avec un filtre médian de taille 3 permet de converger partout sur la ROI, même en fin d'essai.

12. À l'inverse, la région associée à la structure lamellaire perlitique plus fine sera appelée **région forte**, en référence à sa plus grande résistance mécanique.

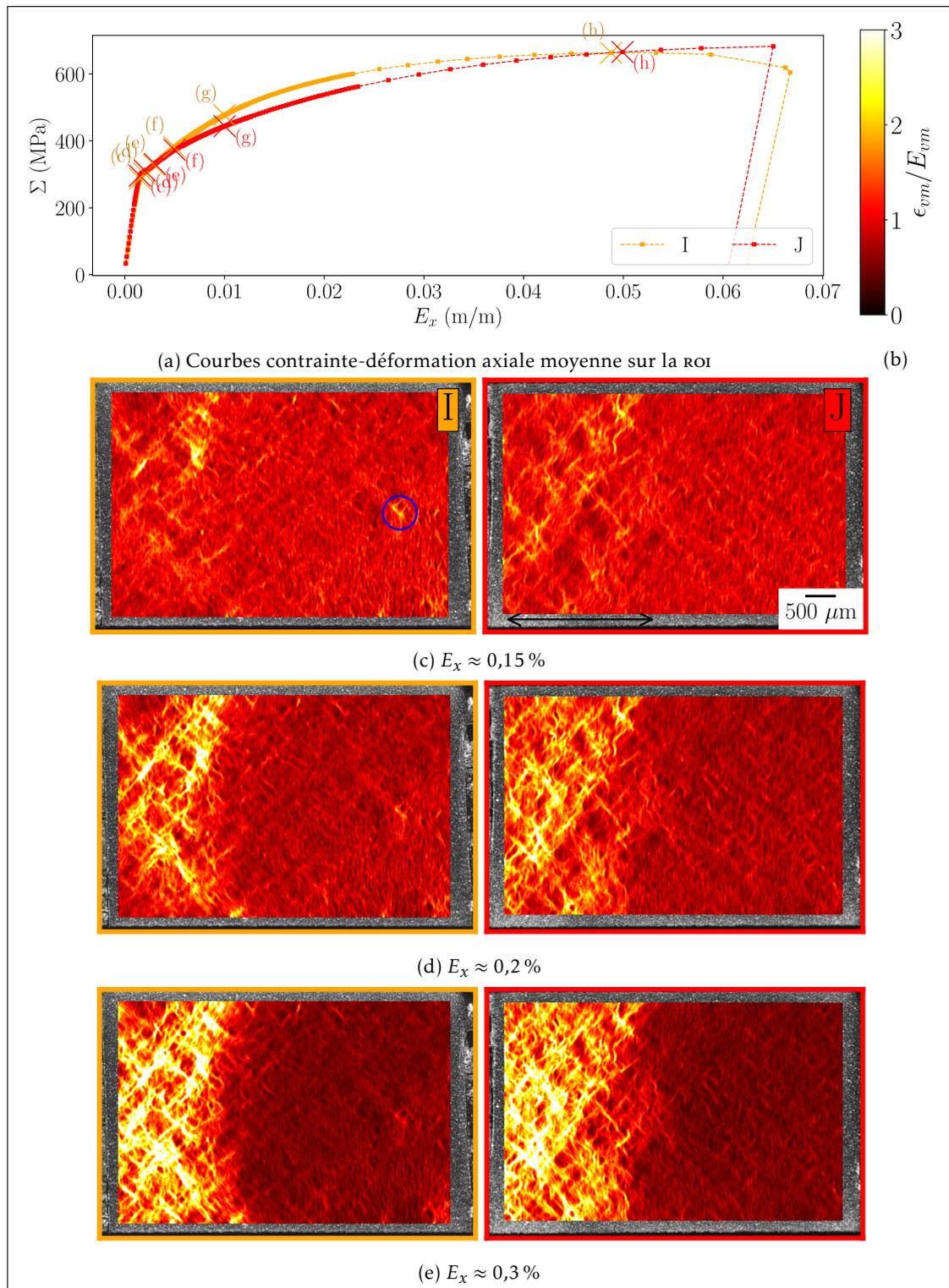
En surface de l'éprouvette I, les premières localisations plastiques apparaissent dès la fin du domaine élastique (figure 5.11c). Elles sont observées principalement dans la région faible, à l'exception d'une petite zone mise en évidence par le cercle bleu sur la même figure. Cette dernière correspond à un îlot ferrito-perlitique constitué de perlite très grossière, piégé au sein d'îlots ferrito-perlitiques constitués de perlite fine. Néanmoins, la déformation dans cette zone s'homogénéise par la suite. En revanche, avec l'augmentation de la déformation appliquée, la région faible localise la grande majorité de la déformation (figures 5.11d et 5.11e). Dans un premier temps, le reste de l'éprouvette ne se déforme pratiquement plus (figure 5.11f). Dans un second temps, entre 0,5 % et 1 % de déformation appliquée, des localisations inclinées sont observées à l'échelle de la microstructure dans la région forte (figure 5.11g). Toutefois, leur intensité reste modérée comparativement à celles observées dans la région faible, et elles s'accompagnent d'une large bande inclinée de très faible déformation, mise en évidence par l'ellipse bleue sur la même figure. Cette bande recouvre une surface où aucun îlot de perlite très grossière n'est observé. Dans un troisième temps, entre 1 % et 5 % de déformation appliquée, la distribution spatiale des hétérogénéités de déformation en surface est conservée (figure 5.11h). En fin d'essai, comme évoqué précédemment, la région faible provoque un début de striction de l'éprouvette (figure 5.11i), donc une diminution de la contrainte, et une dégradation locale de la texture du mouchetis. À noter que la région faible de l'éprouvette s'étend en réalité en dehors de la ROI, et donc qu'une partie de l'information n'est pas mesurée¹³.

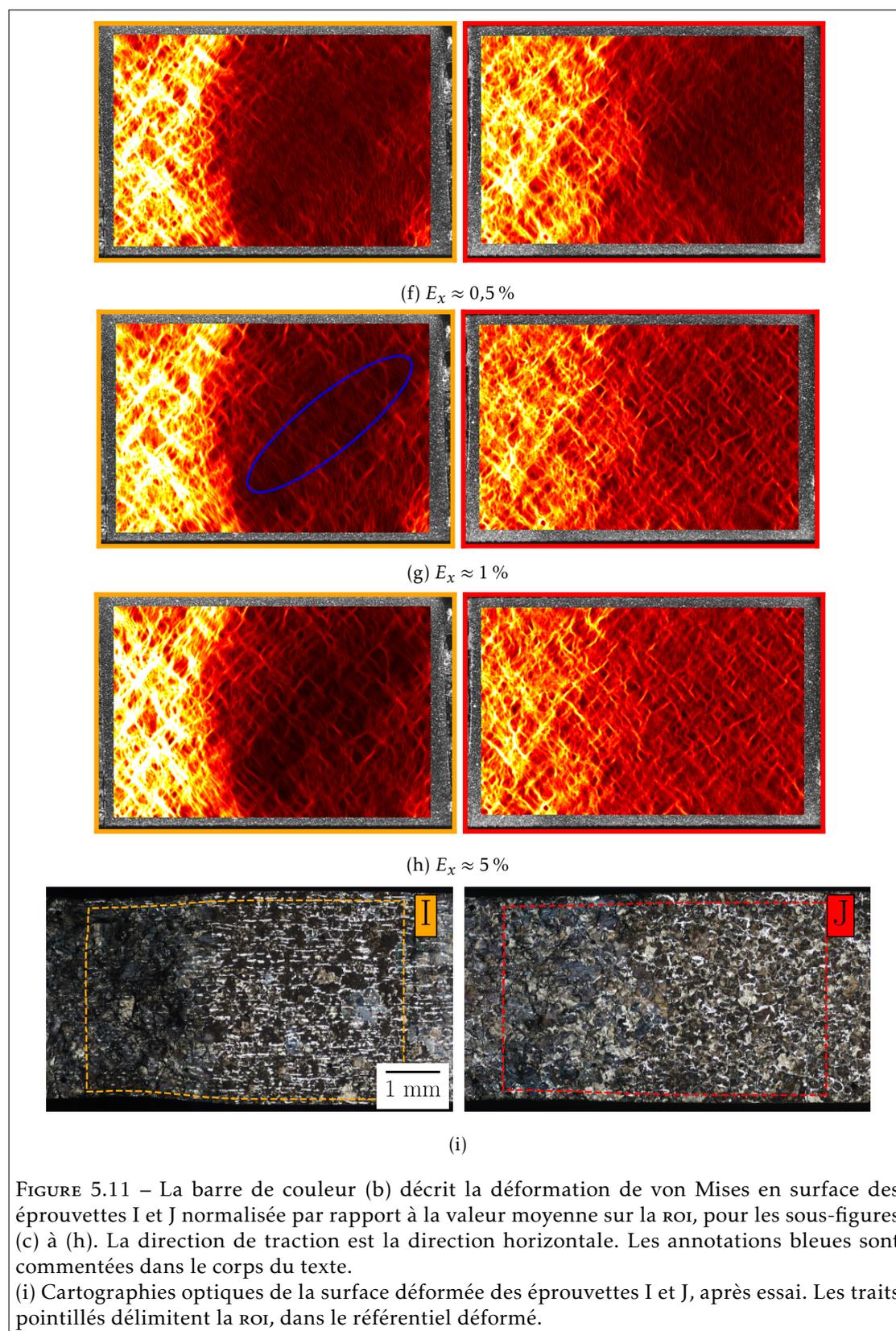
L'évolution des champs de déformation de von Mises en surface de l'éprouvette J rappelle celle de l'éprouvette I, avec quelques différences. Tout d'abord, les premières localisations plastiques sont observées vers la fin du domaine élastique (figure 5.11c). Dans cet essai, elles appartiennent toutes à la région faible. Similairement à I, ces localisations s'étendent à la quasi-intégralité de la région faible avant 0,3 % de déformation appliquée (figures 5.11d et 5.11e). Avec l'augmentation de la déformation appliquée, la déformation locale s'accumule dans la région faible, au contraire de la région forte qui ne se déforme presque plus (figure 5.11e). Cependant, contrairement à I, la déformation se propage à l'ensemble de la région forte entre 0,3 % et 1 % de déformation appliquée (figures 5.11f et 5.11g). À noter qu'elle localise à nouveau à l'échelle de la microstructure, avec une intensité modérée. Puis, comme en surface de I, la distribution spatiale des hétérogénéités de déformation en surface est conservée entre 1 % et 5 % de déformation appliquée (figure 5.11h). En fin d'essai, l'intensité des localisations dans la région faible augmente à nouveau (non montré), et en parallèle, la contrainte commence à stagner. Cela présage d'une future striction dans la région faible de J si le chargement avait continué. Similairement à l'essai I, la région faible de J s'étend en dehors de la ROI.

En résumé, les similitudes entre les deux éprouvettes peuvent être récapitulées comme suit : la déformation se localise au niveau de la région faible, associée à la structure lamellaire la plus grossière, à partir de la transition élastique-plastique. L'accumulation de la déformation dans cette région (\approx jusqu'à 0,5 % de déformation appliquée) se produit au détriment du reste de la ROI, qui ne se déforme réellement que plus tard lorsque le chargement augmente (\approx entre 0,5 % et 1 % de déformation appliquée), mais avec une intensité moindre. À partir d'une déformation suffisamment importante, la région faible constitue littéralement le point faible de l'éprouvette, et sert de point de départ pour la striction de l'éprouvette.

À l'inverse, la principale différence entre I et J est que les hétérogénéités de déformation entre les régions faible et forte de I sont plus importantes que celles de J. En effet, la région forte de I se déforme plus tardivement et avec une intensité plus faible par rapport à celle de J, tandis que la région faible de I se déforme plus que celle de J et provoque plus rapidement la

13. Il aurait été envisageable de diminuer le grossissement de l'objectif pour couvrir un champ de vision plus grand, mais cela aurait été au détriment de la résolution spatiale de mesure.





striction de l'éprouvette. La raison évidente est que la différence d'espacement interlamellaire perlitique entre les régions faible et forte de I est plus grande que celle de J. Une seconde différence entre I et J est que la déformation dans la région forte de I est plus hétérogène que dans celle de J (localisation plastique au début de la transition élastique-plastique, large bande où la déformation est quasi-nulle en fin d'essai). Elle s'explique de la même manière que précédemment.

Pour finir, il est intéressant de remarquer que les résultats de la section précédente sont tous retrouvés :

- La distribution spatiale de la déformation construit une structure inclinée à travers des bandes inclinées de localisation, à la fois dans les régions faible et forte des éprouvettes I et J.
- Une comparaison entre les champs de déformation mesurés en surface et la microstructure, illustrée sur la figure F.2 en annexe, révèle que ces bandes de localisation correspondent en majorité aux chemins de ferrite pro-eutectoïde. De même, le rapport entre la déformation moyenne dans la ferrite pro-eutectoïde et celle dans la perlite, présenté sur la figure F.3 en annexe, indique que la ferrite pro-eutectoïde se déforme davantage que la perlite dès la deuxième moitié du domaine élastique. Ces observations indiquent que l'impact de la direction privilégiée de la ferrite pro-eutectoïde en surface de l'éprouvette I est modeste, et confirment que la principale disparité microstructurale entre I et J est la structure lamellaire perlitique.
- La perlite se déforme plastiquement et est susceptible de localiser la déformation, comme prouvé plus loin dans cette section.

Transition entre les régions faible et forte

L'allure des champs de déformation en surface des éprouvettes I et J signifie que la déformation varie principalement suivant la direction de traction (direction horizontale), ce qui invite à considérer le profil de déformation suivant cette direction, c'est-à-dire l'évolution de la déformation moyenne par ligne verticale en fonction de la position horizontale. La figure 5.12 présente ces profils pour différentes valeurs de déformation appliquées aux éprouvettes I et J. On retrouve bien évidemment les régions faible (localisation de la déformation) et forte (peu déformée) des deux éprouvettes, ainsi que le constat que les hétérogénéités de déformation entre ces deux régions sont plus importantes en surface de l'éprouvette I. Les flèches noires sur la même figure illustrent notamment que la région faible (forte) de l'éprouvette I est de plus en plus faible (forte) avec l'augmentation du chargement, au contraire de l'éprouvette J où la déformation en surface s'homogénéise légèrement à partir d'environ 0,5 % de déformation appliquée.

Surtout, la lecture des profils de déformation met en évidence une région de transition entre les régions faible et forte des deux éprouvettes, indiquée approximativement par le rectangle rose sur la même figure, où la déformation augmente continuellement depuis la région forte vers la région faible. Cette région de transition apparaît plus restreinte dans le cas de l'éprouvette I ($\approx 1,4$ mm) que dans le cas de l'éprouvette J (≈ 2 mm). Puisque l'écart de déformation entre les régions faible et forte est plus élevé en surface de l'éprouvette I, cela implique nécessairement que la déformation augmente plus rapidement dans la région de transition de I que dans celle de J, comme effectivement observé. Cette différence s'explique probablement de la même manière que les observations précédentes, à savoir la différence d'espacement interlamellaire perlitique entre les régions faible et forte de I est plus grande que celle de J. Cependant, la structure lamellaire locale n'a pas été caractérisée assez finement, i.e. dans un nombre suffisamment

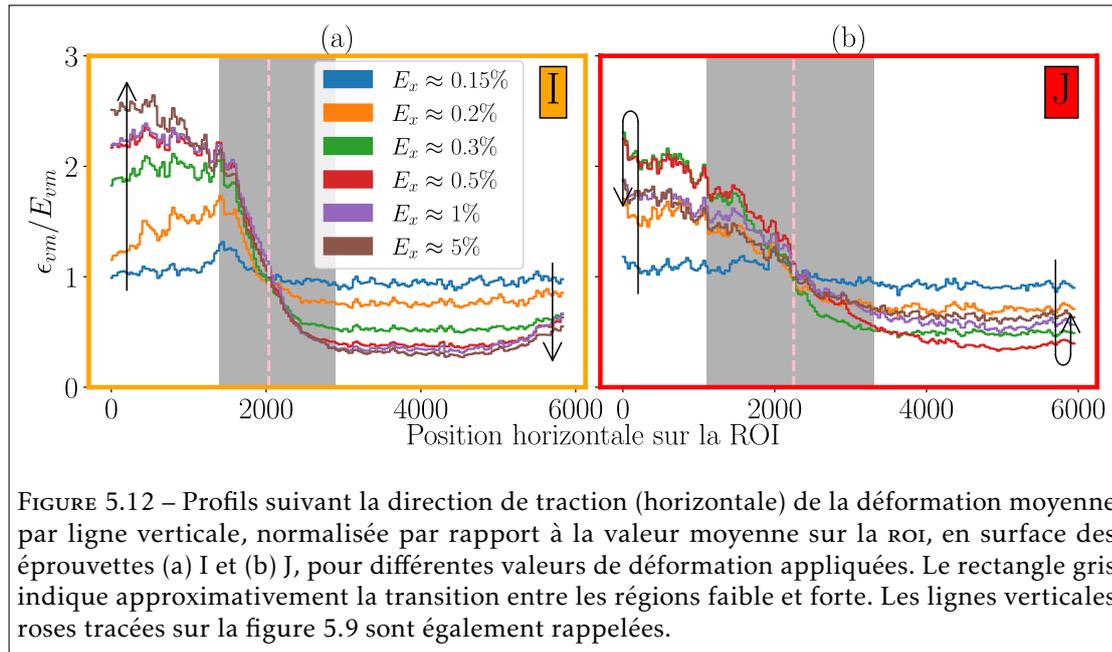


FIGURE 5.12 – Profils suivant la direction de traction (horizontale) de la déformation moyenne par ligne verticale, normalisée par rapport à la valeur moyenne sur la ROI, en surface des éprouvettes (a) I et (b) J, pour différentes valeurs de déformation appliquées. Le rectangle gris indique approximativement la transition entre les régions faible et forte. Les lignes verticales roses tracées sur la figure 5.9 sont également rappelées.

important de colonies, pour la discuter plus en détails (en particulier, la variation de l'espacement interlamellaire entre les régions forte et faible est-elle graduelle?).

5.3.2 Observations de la déformation et de l'endommagement en surface

Après la réalisation des essais, les mouchetis ont été nettoyés et les surfaces déformées des éprouvettes I et J ont été caractérisées au MEB et au profilomètre optique (interféromètre optique Veeco Wyko NT1100, mode vsi¹⁴). Les images et mesures présentées dans cette sous-section sont principalement celles de la région faible des éprouvettes I et J, où la déformation a été localisée.

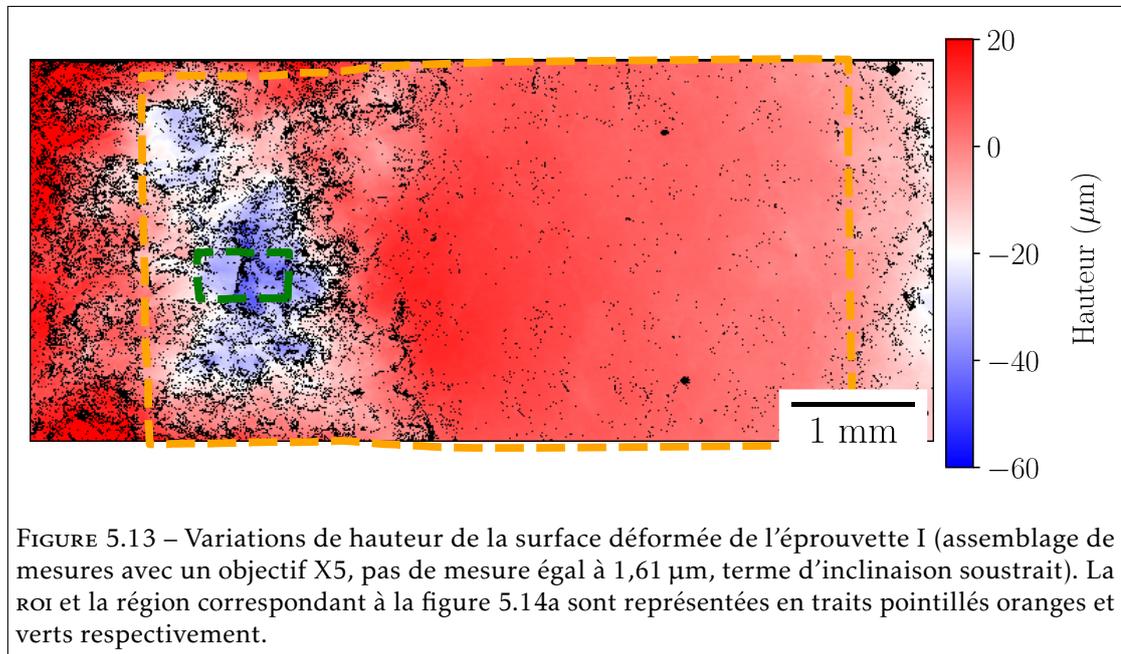
Éprouvette I

La déformation sévère de la région faible de I en fin d'essai s'est accompagnée d'une diminution évidente de la largeur de l'éprouvette, tel qu'observé sur la figure 5.11i, et également d'importants mouvements hors-plans en surface, tel que présenté sur la figure 5.13. En particulier, du fait du début de striction de l'éprouvette au niveau de la région faible, les mesures de hauteur mettent en évidence un creux de plusieurs dizaines de micromètres de profondeur¹⁵ à cet endroit. Cela indique de manière rassurante que la localisation principale de la déformation se situe dans la ROI, et donc a bien été mesurée. Concernant la région forte de l'éprouvette, les variations de hauteur mesurées sont nettement moins importantes, ce qui est bien entendu la conséquence de la moindre déformation de cette région. De manière équivalente, les images MEB

14. Concernant les champs de hauteur obtenus en sortie, la valeur de référence 0 est calculée de sorte à ce que l'intégrale des valeurs négatives soit égale, au signe près, à l'intégrale des valeurs positives. Par conséquent, elle ne signifie pas qu'aucun mouvement hors-plan n'a eu lieu à cet endroit.

15. L'amplitude entre les creux et les crêtes est à prendre avec précaution, étant donné les nombreuses opérations nécessaires à l'obtention de la donnée de sortie : mesure par vsi, assemblage des mesures en une grande cartographie, soustraction du terme d'inclinaison.

de la région forte (non montrées ici) dévoilent une microstructure à peine déformée, au contraire de celles acquises dans la région faible.



La localisation de déformation la plus importante se situe dans la région délimitée par les traits pointillés verts sur la figure 5.13. Les observations MEB de cette zone ont révélé une fissure longue de plusieurs centaines de micromètres, comme visualisable sur la figure 5.14a. Cette fissure traverse un domaine perlitique, comme représenté en vert sur la figure 5.14b. L'évolution des champs cinématiques pendant l'essai (non montré ici) indique que la déformation a été localisée dès la transition élastique-plastique, non pas au niveau de la fissure, mais dans deux chemins voisins de ferrite pro-eutectoïde inclinés, mis en évidence par les ellipses jaunes sur la même figure. Ces derniers ont accumulé la déformation et, en parallèle, ont tourné dans des directions opposés de façon à s'aligner progressivement avec la direction de traction. En revanche, ce n'est que en fin d'essai, à partir d'environ 5 % de déformation appliquée, que la chaîne de mesure enregistre une déformation élevée à l'endroit de la future fissure. De plus, les mesures profilométriques de la surface après essai (figure 5.14c) mettent en évidence d'importantes variations de hauteur dans la zone étudiée. De telles discontinuités en surface sont généralement associées à des incompatibilités de déformation locale pouvant conduire à l'ouverture d'une fissure, comme c'est le cas ici.

Par conséquent, dans cet exemple, il est probable que la fissure ne résulte pas d'une forte activité plastique dans la perlite, mais plutôt que la déformation et la rotation hétérogènes de la ferrite pro-eutectoïde environnante ont induit une contrainte locale importante dans la perlite. Cette dernière a augmenté avec l'augmentation de la déformation appliquée, jusqu'à provoquer l'amorçage et la propagation de la fissure, dont l'ouverture s'est traduite par une forte déformation selon la chaîne de mesure. À noter que la fissure traverse en majorité des colonies de perlite à l'intérieur desquelles les lamelles sont parallèles ou presque à la direction de traction.

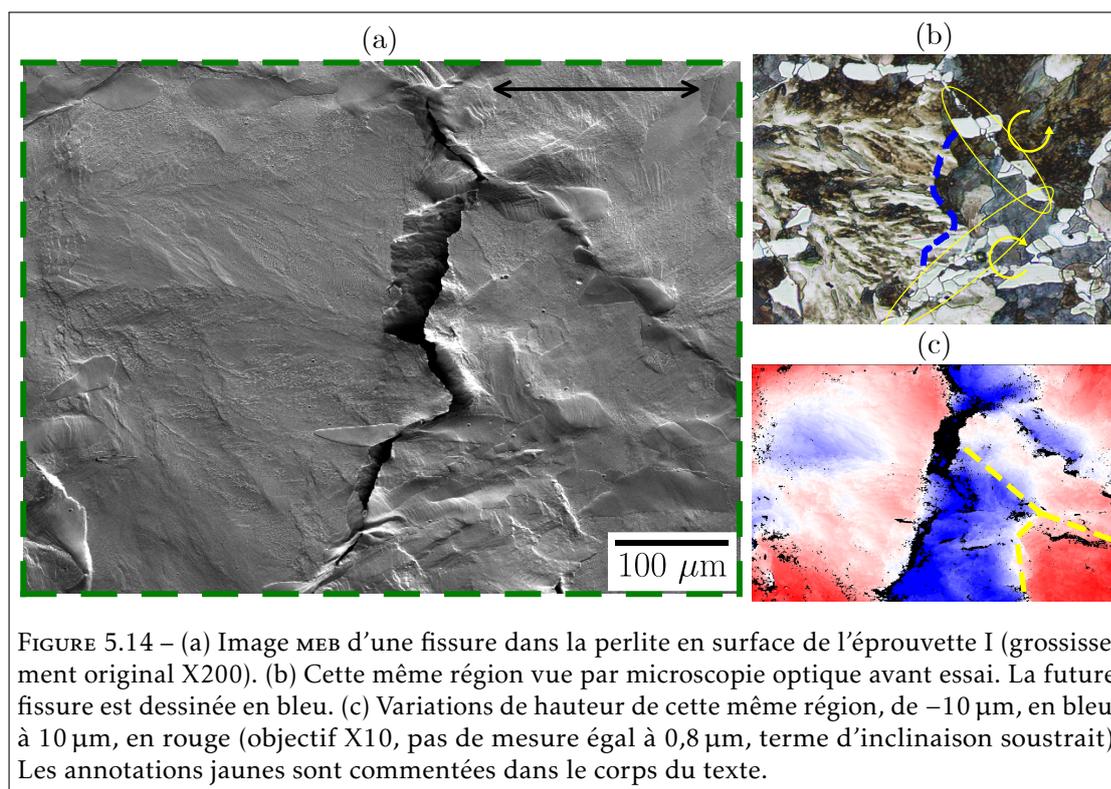


FIGURE 5.14 – (a) Image MEB d’une fissure dans la perlite en surface de l’éprouvette I (grossissement original X200). (b) Cette même région vue par microscopie optique avant essai. La future fissure est dessinée en bleu. (c) Variations de hauteur de cette même région, de $-10\ \mu\text{m}$, en bleu, à $10\ \mu\text{m}$, en rouge (objectif X10, pas de mesure égal à $0,8\ \mu\text{m}$, terme d’inclinaison soustrait). Les annotations jaunes sont commentées dans le corps du texte.

Cette dernière observation permet de conforter le rôle de l’orientation géométrique des lamelles de cémentite sur le comportement des colonies de perlite. Les images MEB semblent présenter une tendance selon laquelle les colonies constituées de lamelles de cémentite inclinées par rapport à la direction de traction accommodent la déformation sous la forme de bandes de glissement intenses (figures 5.15a et 5.15b), au contraire de celles constituées de lamelles parallèles ou presque à la direction de traction, où des micro-fissures sont observées (figures 5.15c et 5.15d).

En complément, les mesures cinématiques (non montrées ici) enregistrent une déformation importante dans les colonies au sein desquelles les lamelles sont inclinées par rapport à la direction de traction, tel que mis en évidence par les ellipses jaunes sur les figures 5.15a et 5.15b. À l’inverse, dans le domaine perlitique présenté sur la figure 5.15c¹⁶, la déformation mesurée est relativement faible jusqu’en fin d’essai où une localisation apparaît subitement (probablement la micro-fissure). Ainsi, cela renforce le sentiment que les colonies constituées de lamelles inclinées par rapport à la direction de traction sont plus susceptibles d’accommoder la déformation, au contraire des colonies constituées de lamelles parallèles ou presque à la direction de traction qui se déforment relativement peu mais sont pour autant plus sujettes à l’apparition de micro-fissures. Ces résultats sont en accord avec la littérature présentée dans le chapitre 4, section 4.1, et au début de ce chapitre.

À noter que ces micrographies appartiennent à la région faible de l’éprouvette (i.e. colonies de perlite très grossière). Néanmoins, dans la région forte, même les colonies de perlite très grossière semblent à peine déformées et ne présentent aucun signe d’endommagement. Cela met en évidence, une nouvelle fois, l’influence de l’environnement sur la déformation locale. Ce

16. La région de la figure 5.15d n’a pas pu être située sur la cartographie optique.

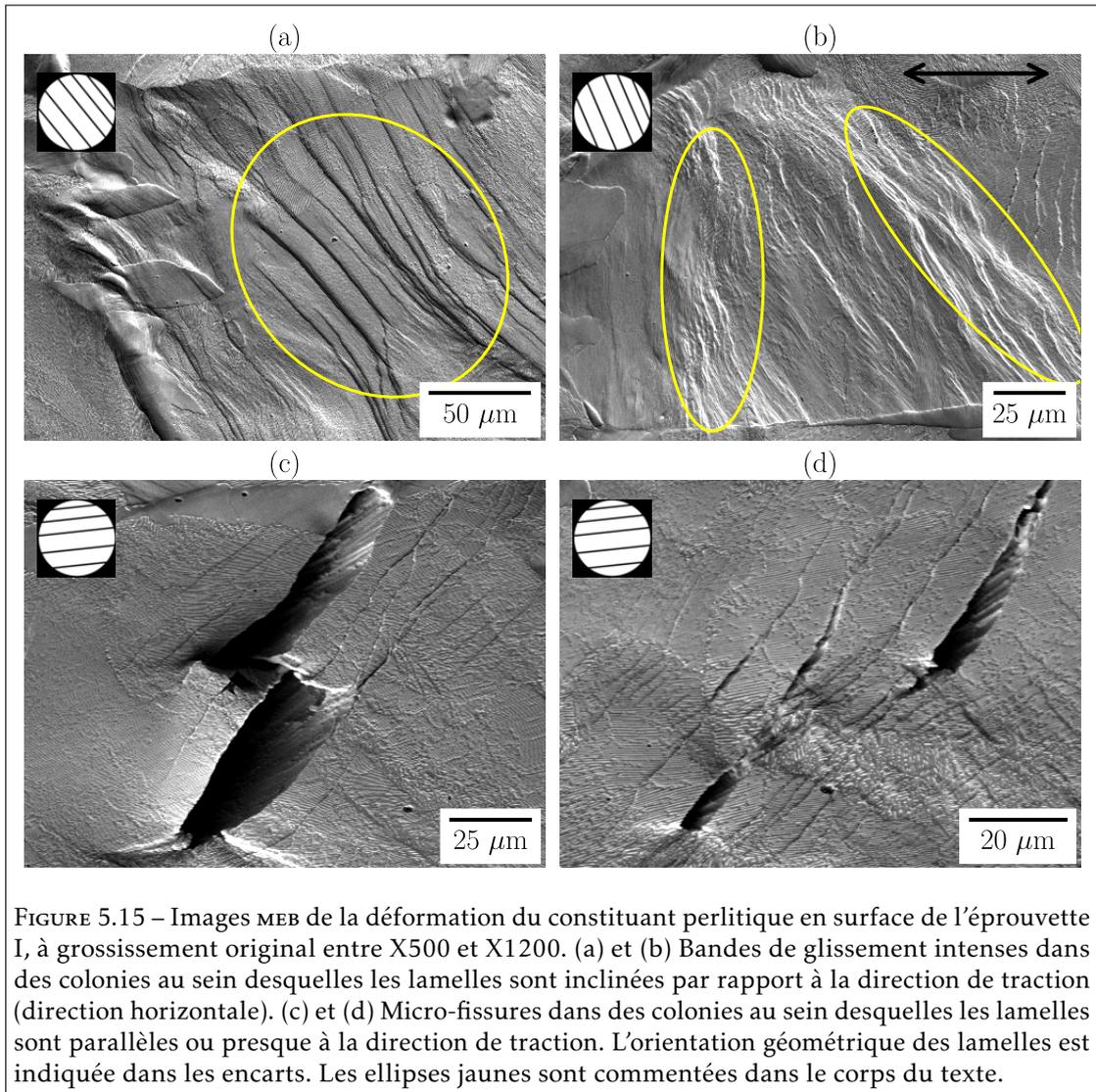


FIGURE 5.15 – Images MEB de la déformation du constituant perlitique en surface de l'éprouvette I, à grossissement original entre X500 et X1200. (a) et (b) Bandes de glissement intenses dans des colonies au sein desquelles les lamelles sont inclinées par rapport à la direction de traction (direction horizontale). (c) et (d) Micro-fissures dans des colonies au sein desquelles les lamelles sont parallèles ou presque à la direction de traction. L'orientation géométrique des lamelles est indiquée dans les encarts. Les ellipses jaunes sont commentées dans le corps du texte.

point sera discuté plus en détails dans la prochaine sous-section 5.3.3.

Éprouvette J

Similairement aux observations en surface de de l'éprouvette I, les images MEB et mesures profilométriques de la surface déformée de l'éprouvette J dévoilent une région forte relativement peu déformée et avec une faible rugosité, tandis que la région faible présente des bandes de glissement intenses, principalement dans la ferrite pro-eutectoïde, et d'importantes variations de hauteur. Toutefois, contrairement à I, aucune fissure n'est observée en surface de l'éprouvette J et, de manière générale, les observations confirment une déformation moins sévère, notamment dans la perlite.

En guise d'illustration, les figures 5.16a, 5.16b et 5.16c présentent une image MEB, la déformation locale de von Mises et les variations de hauteur d'une région où la déformation s'est localisée de manière importante. Au centre de cette région se trouve un grand grain allongé de ferrite pro-eutectoïde, perpendiculaire à la direction de traction, et piégé entre deux domaines perlitiques transformés depuis deux anciens grains austénitiques différents. Le grain de ferrite pro-eutectoïde a localisé la déformation dès la transition élastique-plastique et la déformation s'y est accumulée au fur et à mesure de l'essai. En fin d'essai, d'intenses bandes de glissement se rapportant à deux systèmes différents sont observées dans le grain, et des variations hors-plan d'amplitude $\approx 15 \mu\text{m}$ sont mesurées par rapport aux colonies voisines de perlite. Ces dernières apparaissent relativement peu déformées. Ainsi, cette déformation locale très largement supérieure à la déformation moyenne dans la roi ne semble pas avoir causé d'endommagement. Ce schéma est observé dans de nombreux grands grains allongés de ferrite pro-eutectoïde, généralement inclinés par rapport à la direction de traction, mais surtout piégés entre deux domaines perlitiques, tels que déjà identifiés dans la section précédente 5.2 en surface de l'éprouvette R3.

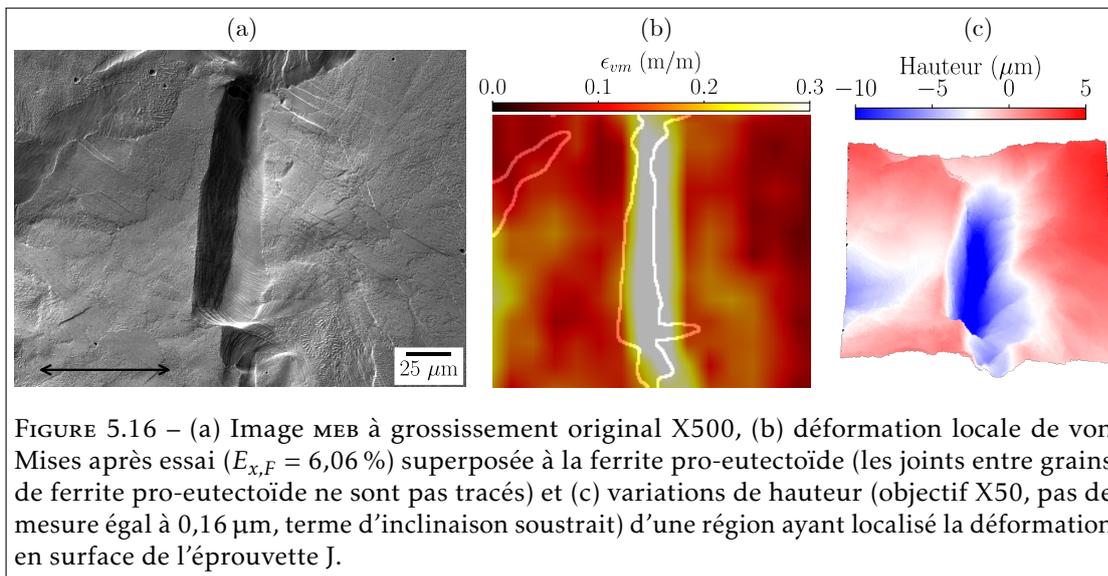


FIGURE 5.16 – (a) Image MEB à grossissement original X500, (b) déformation locale de von Mises après essai ($E_{x,F} = 6,06\%$) superposée à la ferrite pro-eutectoïde (les joints entre grains de ferrite pro-eutectoïde ne sont pas tracés) et (c) variations de hauteur (objectif X50, pas de mesure égal à $0,16 \mu\text{m}$, terme d'inclinaison soustrait) d'une région ayant localisé la déformation en surface de l'éprouvette J.

En résumé, la principale différence, telle qu'observée par microscopie électronique, entre les éprouvettes I et J est qu'un plus grand nombre de signes de déformation et d'endommagement sont observés dans la perlite en surface de I. Cela peut provenir soit i) d'une différence de microstructure et/ou ii) tout simplement parce que la déformation en fin d'essai dans la région faible de I est plus élevée que dans celle de J. Concernant le premier argument, la région faible de I n'est a priori pas constituée de perlite plus grossière que celle de J. En revanche, il y a légèrement moins de ferrite pro-eutectoïde en surface de I (11 %) qu'en surface de J (14 %), et cette dernière a crû parallèlement à la direction de traction. L'impact d'une différence de microstructure ne peut donc pas être écarté. Néanmoins, le deuxième argument est renforcé par la fissure de la figure 5.14a et les micro-fissures de la figure 5.15c qui sont apparues tardivement. Cela signifierait que l'augmentation du chargement de l'éprouvette J aurait également conduit à l'endommagement de la perlite, ce qui implique donc plus généralement que l'endommagement de ces microstructures ferrito-perlitiques a lieu préférentiellement dans le constituant perlitique, malgré la localisation de la déformation très majoritairement dans les grains de ferrite pro-eutectoïde.

L'état de l'art présenté au début de ce chapitre connectait déjà l'endommagement au constituant perlitique, mais mentionnait principalement les nodules au sein desquels la déformation locale est importante. Les observations en surface de I suggèrent le contraire. Cette différence peut provenir de la microstructure élaborée doublement grossière (taille des anciens grains austénitiques, distance interlamellaire perlitique).

5.3.3 Discussions sur les hétérogénéités de microstructure

Les essais sur les éprouvettes I et J suscitent une réflexion sur l'influence de la distribution spatiale des hétérogénéités microstructurales sur les mécanismes de déformation. Cette réflexion est introduite dans le cas simplifié du constituant ferritique, puis elle est étendue à la microstructure ferrito-perlitique des éprouvettes I et J.

Concernant la ferrite pro-eutectoïde, la déformation locale en surface d'éprouvettes présentant des hétérogénéités de tailles de grains dépend de la distribution spatiale de ces hétérogénéités. En effet, il convient de distinguer le comportement mécanique d'une microstructure dans laquelle les gros grains de ferrite sont distribués de manière homogène parmi les grains de plus petite taille de celui d'une microstructure dans laquelle les gros grains forment un agrégat séparé, susceptible de localiser la déformation. À titre d'exemple, en surface de l'éprouvette de fer pur recristallisée présentée dans le chapitre 3, aucune corrélation entre la taille de grains et la déformation locale n'a été mesurée, malgré la distribution bimodale de la taille de grains, ce qui suggère un comportement homogénéisé. À l'inverse, sur le même matériau, et avec le même procédé de recristallisation, Baudoin a montré qu'une éprouvette constituée d'une région à gros grains entourée de deux régions à petits grains localise l'ensemble de la déformation dans la région faible, c'est-à-dire la région centrale à gros grains [Bau15].

Cette localisation de la déformation, préjudiciable à la ductilité de l'éprouvette, n'est pas observée dans le cas d'une distribution homogène des hétérogénéités. Ainsi, Patra et al. ont réussi à améliorer le compromis résistance – ductilité des aciers bas carbone en élaborant des microstructures avec distribution bimodale de grains de ferrite pro-eutectoïde [Pat+12]. Les auteurs ont conclu qu'une éprouvette constituée de 15 à 35 % de grains de ferrite de taille $\approx 15\text{-}35\ \mu\text{m}$ distribués de manière homogène parmi des grains de ferrite de taille submicrométrique se comporte comme une structure composite; cela permet de gagner significativement en ductilité contre une légère perte de résistance.

Cette réflexion peut être transposée à la microstructure ferrito-perlitique des éprouvettes I et J de cette section. Comme discuté dans la sous-section 5.3.1, la région faible de I et J, constituée uniquement de perlite très grossière, a localisé la déformation puis précipité la striction de l'éprouvette. Dans cet exemple, les hétérogénéités microstructurales, que sont les îlots de perlite dans lesquels l'espacement interlamellaire diffère, ne sont pas distribués de manière homogène. À l'inverse, toujours en surface de l'éprouvette I, des îlots de perlite très grossière ont également été observés au sein de la région forte. Ces îlots, entourés de perlite fine, n'ont pas localisé la déformation après la transition élastique-plastique.

Cette différence de comportement mécanique, appuyée par l'analyse précédente des hétérogénéités de tailles de grains de ferrite pro-eutectoïde, suggère que la déformation n'aurait probablement pas autant localisé en surface des éprouvettes I et J si les hétérogénéités d'espacement interlamellaire perlitique avaient été distribuées de manière plus homogène. Cette différence peut provenir de la répartition de la contrainte locale : on peut notamment imaginer que la contrainte est transférée de la perlite grossière vers la perlite fine environnante lorsque cela est possible. Or, ce mécanisme est impossible dans la région faible des éprouvettes I et J où

il n'y a pas de perlite fine, ce qui provoque l'augmentation continue de la contrainte et de la déformation à cet endroit.

Dans l'objectif de revenir à la problématique initiale de ce travail, il est pertinent de faire le rapprochement entre les microstructures des éprouvettes I et J et la notion de gradient de microstructure. En effet, les deux éprouvettes présentent une microstructure qui varie de la gauche vers la droite de la section réduite (vue par la caméra, cf figure 5.9), bien que cette variation ne soit pas exactement graduelle. Dans ce cas, les discussions ci-dessus suggèrent que la sollicitation monotone d'un gradient de microstructure dans la direction de traction¹⁷ résulte en une localisation de la déformation au niveau de la région comportant les constituants les plus faibles mécaniquement.

Par exemple, dans le cas du gradient de microstructure caractérisé dans les roues forgées trempées dans le chapitre 1, une sollicitation monotone et homogène entraînerait probablement la localisation de la déformation là où la ferrite pro-eutectoïde est la plus grossière et présente en plus grande proportion. Dans le cas du gradient de microstructure caractérisé dans les axes obtenus par refoulement à chaud, les essais de la section 5.2 suggèrent que la déformation sous sollicitation monotone serait localisée là où la microstructure est la plus grossière, avec des gros grains allongés et inclinés de ferrite pro-eutectoïde piégés entre deux domaines perlitiques, malgré la fraction de perlite plus importante.

Néanmoins, il est important de mentionner que ces hypothèses ne sont en aucun cas contradictoires avec l'impact potentiellement bénéfique du gradient de microstructure en fatigue prédit par Baudoin [Bau15]. En effet, les conditions de sollicitations étaient différentes, c'est-à-dire ni monotones ni homogènes, au contraire de ce travail, et le gradient de microstructure n'était pas dans la même orientation par rapport à la contrainte appliquée. De plus, dans le cas des organes de roulement ferroviaires, il convient également de prendre en compte les sollicitations plus complexes que sont la fatigue de flexion rotative (axes) et la fatigue de contact (roues), qui induisent un gradient de contrainte appliquée vu par les organes.

17. Le résultat est plus incertain si le gradient de microstructure est perpendiculaire à la direction de traction. En effet, le transfert de contrainte entre les régions faible et forte serait probablement modifié, et en conséquence la striction de la région faible ne pourrait pas avoir lieu aussi librement.

Bilan de la section

Deux éprouvettes à microstructure ferrito-perlitique, extraites de barreaux de composition hypo-eutectoïde élaborés avec le simulateur thermomécanique Gleeble, ont été sollicitées en traction monotone, sous conditions quasi-statiques, jusqu'à environ 6 % de déformation appliquée. Suite aux traitements thermiques, ces éprouvettes présentent une grande diversité d'espacement interlamellaire perlitique, et en particulier une région « faible » constituée de perlite très grossière à proximité d'une région « forte » constituée de perlite fine, pour la première éprouvette, et de perlite relativement grossière, pour la seconde. La fraction de ferrite pro-eutectoïde est d'environ 10-15 % pour les deux éprouvettes. Les résultats de corrélation ont montré que la déformation localisait dans la région faible à partir de la transition élastique-plastique. La région forte, quant à elle, ne se déforme que plus tard lorsque le chargement augmente. À partir d'une déformation suffisamment importante, la région faible sert de point de départ pour la striction de l'éprouvette. Les hétérogénéités de déformation entre les régions faible et forte sont d'autant plus importantes que les différences d'espacement interlamellaire perlitique entre ces régions sont importantes. Comme dans la section précédente, la déformation est plus élevée en moyenne dans la ferrite pro-eutectoïde. Parmi les colonies de perlite, les observations de la surface déformée ont indiqué que celles qui se déforment le plus sont celles constituées de lamelles de cémentite inclinées par rapport à la direction de traction. En revanche, pour ces valeurs de fraction des constituants, l'endommagement se produit quasi-exclusivement dans la perlite, et en particulier dans les colonies où les lamelles sont parallèles ou presque par rapport à la direction de traction.

Conclusion générale

Ce travail s'est intéressé aux mécanismes de déformation en traction monotone des aciers à microstructure ferrito-perlitique utilisés pour les organes de roulement ferroviaires (roues et axes). Cette problématique est préalable mais nécessaire à l'étude de l'impact des gradients de microstructure de ces aciers sur la durée de vie en fatigue de ces organes. Ainsi, l'objectif était de mesurer et comprendre les hétérogénéités et localisations de déformation à l'échelle des constituants ferritique et perlitique de la microstructure, en développant des méthodes expérimentales et d'analyses qui seront réutilisées dans la suite du projet dans le cas plus complexe d'un chargement cyclique, plus proche d'une sollicitation en service.

La première tâche a consisté à définir le spectre de microstructures ferrito-perlitiques étudiées en caractérisant la microstructure de roues et axes produits par la société MG-Valdunes, partenaire industriel du projet. Plus particulièrement, le premier chapitre s'est attardé sur i) les axes de nuance EA1N obtenus par refoulement à chaud, et ii) les roues forgées trempées et revenues de nuance ER7, qui présentent tous les deux un gradient de microstructure depuis la surface vers le cœur des organes. Dans le premier cas, la taille des anciens grains austénitiques ($100\ \mu\text{m} \rightarrow 300\ \mu\text{m}$) et la fraction de perlite ($60\% \rightarrow 80\%$) augmentent avec la profondeur sous la surface; ces évolutions ambivalentes résultent en des essais mécaniques macroscopiques difficiles à interpréter. Dans le second cas, la taille des grains de ferrite pro-eutectoïde ($10\ \mu\text{m} \rightarrow 30\ \mu\text{m}$), la fraction de ferrite pro-eutectoïde ($3\% \rightarrow 20\%$) et la distance interlamellaire perlitique ($100\ \text{nm} \rightarrow 200\ \text{nm}$) augmentent avec la profondeur sous la bande de roulement, ce qui se traduit par une augmentation évidente de la résistance mécanique (limite élastique et contrainte à rupture).

Grâce à la taille caractéristique importante des constituants de la microstructure des axes EA1N obtenus par refoulement à chaud, des éprouvettes de traction ont été prélevées directement dans l'organe, à différentes profondeurs, pour alimenter les futurs essais instrumentés à l'échelle de la microstructure et étudier plus finement l'impact des variations de microstructure caractérisées. Cependant, dans les cas des roues forgées trempées et revenues, la microstructure est trop fine pour qu'une instrumentation de source optique soit pertinente. Ainsi, des éprouvettes à microstructure contrôlée ont été élaborées en laboratoire, à l'aide du simulateur thermomécanique Gleeble. De plus, cela permet d'isoler un paramètre microstructural donné. La stratégie d'élaboration a été divisée en deux campagnes : i) une campagne d'élaboration de microstructures entièrement perlitiques à partir de barreaux de composition type XC72, et ii) une campagne d'élaboration de microstructures ferrito-perlitiques à partir de barreaux ER7.

En parallèle, afin de pouvoir s'appuyer sur un large volume de données expérimentales fiables, une méthodologie expérimentale de mesure de champs mécaniques à l'échelle de la microstructure a été développée et présentée dans le deuxième chapitre. La stratégie expérimentale choisie a consisté à instrumenter des essais de traction monotone par corrélation d'images numériques de

la surface des éprouvettes acquises en continu pendant le chargement. Les diverses contraintes imposées par la problématique générale ont forcé l'utilisation d'images de source optique. La réponse apportée au double défi précision – résolution spatiale des mesures a été l'utilisation d'une caméra haute résolution accompagnée d'un objectif à fort grossissement, la production d'un mouchetis adapté et l'utilisation d'un algorithme de corrélation global de type décomposition en éléments finis. De plus, les essais sont enrichis par la caractérisation de la microstructure en surface, avant et après sollicitation, et le repositionnement des données multimodales dans le référentiel de mesure de l'algorithme de corrélation.

Cette méthodologie expérimentale a été éprouvée sur une éprouvette extraite à cœur d'un axe EA1N obtenu par refoulement à chaud. La capacité de la méthode à mesurer précisément les champs de déformation à l'échelle des grains de ferrite pro-eutectoïde et des nodules de perlite a été prouvée. En revanche, il est souligné que seules des mesures 2D de la déformation en surface de l'éprouvette sont obtenues, et en fonction de l'objectif utilisé, les mouvements hors-plan induisent une erreur non négligeable sur la mesure de déformation. De plus, la résolution spatiale de mesure reste trop grossière pour capter les discontinuités de déplacement physiques inhérentes au mouvement des dislocations.

Pour ces raisons, il a été décidé d'étudier dans un premier temps un cas simplifié : une éprouvette de fer pur recristallisée qui présente une microstructure ferritique monophasée et à gros grains. Ces deux caractéristiques ont permis l'utilisation d'un objectif télécentrique, peu sensible aux mouvements hors-plan, tout en gardant une résolution spatiale de la mesure de déformation bien inférieure à la taille de grains. Les résultats de corrélation, analysés en lien avec l'orientation cristallographique initiale de la microstructure et la caractérisation de la surface déformée, ont été présentés dans le troisième chapitre. De plus, les systèmes de glissement activés en surface ont été identifiés en projetant le tenseur gradient de déplacement sur les directions potentielles de glissement de la microstructure.

Les résultats ont mis en évidence le développement d'une structure plastique à une échelle supérieure à la taille de grains. Cette structure se forme en fonction de l'orientation cristallographique initiale des grains (au sens du facteur de Schmid maximum, et également du module élastique directionnel) et surtout en fonction des interactions entre les grains (contraintes induites par les systèmes de glissement activés dans les grains voisins). En revanche, aucun impact de la taille des grains n'a été mesuré. Après la formation de la structure plastique, la déformation localise près des joints de grains et en particulier des jonctions triples. Avec l'augmentation du chargement, la déformation s'accumule au niveau de ces localisations, qui sont le fruit de l'activité simultanée de plusieurs systèmes de glissement en un endroit restreint.

Ensuite, les hétérogénéités de déformation dans le constituant perlitique, plus complexe car biphasé et multi-échelle, ont été étudiées dans le quatrième chapitre. Une éprouvette a été extraite d'un barreau de composition eutectoïde de type XC72, élaboré dans le premier chapitre, et a été déformée en traction monotone. Les résultats de corrélation ont mis en évidence des hétérogénéités de déformation à l'échelle des nodules de perlite. Similairement aux résultats précédents, ces hétérogénéités se forment en fonction de l'orientation cristallographique locale de la ferrite eutectoïde. En revanche, la déformation n'a pas localisé davantage près des joints de nodules. L'importance de prendre en compte la structure lamellaire a alors été soulignée. Malheureusement, des observations par microscopie électronique à balayage de la surface déformée après essai ont indiqué que les localisations de déformation à l'échelle des lamelles de cémentite n'avaient pas été résolues par la chaîne de mesure. Néanmoins, ces mêmes observations sont en accord avec les résultats rapportés dans la littérature, où les mécanismes de plasticité et d'endommagement de la perlite sont bien documentés.

Enfin, dans le cinquième chapitre, l'étude a été transposée au cœur du sujet : les mécanismes et hétérogénéités de déformation des microstructures ferrito-perlitiques. Dans un premier temps, le travail a porté sur les éprouvettes prélevées dans l'axe EA1N obtenu par refoulement à chaud. Les essais de traction monotone instrumentés ont révélé principalement des différences au niveau de la transition élastique-plastique des éprouvettes : en effet, des instabilités de type propagation de bandes de Piobert-Lüders ont été mesurées en surface de l'éprouvette prélevée en sous-surface de l'organe, où la microstructure est la plus fine et la fraction de ferrite pro-eutectoïde est la plus grande, ce qui a résulté en un plateau de contrainte. À l'inverse, l'éprouvette prélevée à cœur, avec la microstructure la plus grossière et 80 % de perlite, a montré une déviation progressive à la linéarité élastique macroscopique depuis une contrainte plus faible. Une analyse à l'échelle des grains a révélé que la déformation a localisé dans plusieurs grands grains allongés et inclinés de ferrite pro-eutectoïde, prédisposés au glissement et piégés entre deux colonies de perlite. De manière générale, dans les trois éprouvettes, la déformation mesurée est plus importante dans la ferrite pro-eutectoïde que dans la perlite, même si cette dernière se déforme plastiquement et est susceptible de localiser la déformation, en fonction notamment de son orientation cristallographique et de son environnement. De plus, le plein écrouissage des trois éprouvettes a coïncidé avec l'accumulation de la déformation au niveau des premières hétérogénéités et la distribution spatiale de la déformation s'est apparentée à une structure plastique formée de bandes de localisations inclinées.

Dans un second temps, le travail s'est intéressé aux éprouvettes élaborées à partir de barreaux de nuance ER7 dans le premier chapitre, qui présentaient une grande diversité d'espacement interlamellaire dans la perlite. En particulier, en surface des deux éprouvettes ont été caractérisées avant essai une région « faible » constituée de perlite très grossière à proximité d'une région « forte » constituée de perlite fine, pour la première éprouvette, et de perlite relativement grossière, pour la seconde. Dans les deux éprouvettes, la déformation a localisé dans la région faible dès la transition élastique-plastique, alors que la région forte ne s'est déformée plastiquement que plus tard pendant l'essai, avec l'augmentation du chargement. Les hétérogénéités de déformation mesurées entre les régions faible et forte ont été d'autant plus intenses que les différences d'espacement interlamellaire perlitique entre ces régions sont importantes. En fin d'essai, la localisation de la déformation au niveau de la région faible des éprouvettes a précipité la striction de ces dernières. L'endommagement a été observé quasi-exclusivement dans la perlite, en particulier dans des colonies relativement peu déformées où les lamelles sont parallèles ou presque par rapport à la direction de traction. À l'inverse, les colonies au sein desquelles les lamelles sont inclinées par rapport à la direction de traction ont semblé accommoder la déformation. Pour finir, une réflexion a été proposée sur les hétérogénéités de microstructure, telles que les gradients de microstructure caractérisés dans le premier chapitre.

Les perspectives de ce travail de thèse sont nombreuses. Dans le cadre du projet SWIT'lab, les principales actions à mener sont les suivantes :

- À court terme, l'élaboration d'éprouvettes à gradient de microstructure contrôlé et la réalisation d'essais de traction monotone instrumentés sur ces éprouvettes permettrait d'évaluer les réflexions proposées à la fin du dernier chapitre. À ce titre, la compréhension des transformations de phases et des microstructures résultantes des cycles thermiques I et J constitue une première brique en vue de l'élaboration de gradients de microstructure contrôlés.
- Ensuite, une perspective évidente – il s'agit de la suite du projet –, est l'étude du comportement et des mécanismes en fatigue d'aciers ferroviaires à gradient de microstructure ferrito-perlitique. La méthodologie expérimentale mise en place dans ce travail a été pensée de sorte à être transposable à un chargement cyclique, même si de nouvelles difficultés

seraient rencontrées (faibles amplitudes de déformation mesurées, nécessitant un ratio signal/bruit encore plus élevé et le besoin de minimiser davantage les erreurs induites par les mouvements hors-plan). D'un point de vue plasticité, il s'agirait notamment de vérifier si les points faibles microstructuraux, qui déterminent la localisation et la longueur des micro-fissures [ASL13], sont les mêmes qu'en traction monotone.

- En lien avec l'objectif précédent, il serait particulièrement précieux de coupler les mesures cinématiques avec des mesures de champs thermiques afin de réaliser des bilans d'énergie locaux et d'étudier la connexion entre ces bilans d'énergie et l'amorçage de micro-fissures [Bod08; Seg12]. À nouveau, un effort expérimental (encombrement) et métrologique (calibration) est demandé pour obtenir des champs cinématiques et thermiques de grande précision à l'échelle de la microstructure.
- Ce travail, à dominante expérimentale, serait grandement enrichi par un dialogue aditionnel avec le numérique. Par exemple, il est possible de construire un « jumeau numérique » de la microstructure connue en surface et de simuler le comportement de ce jumeau en appliquant des conditions aux limites provenant de l'expérience [Gue+16; Zha+18b]. Un tel dialogue expérimental-numérique, renforcé grâce à la préservation des surfaces libres des éprouvettes sollicitées, peut notamment renseigner la contrainte locale.

À titre plus personnel, plusieurs frustrations expérimentales gagneraient à être levées :

- Les erreurs induites par les mouvements hors-plan en surface appellent à améliorer le dispositif expérimental utilisé dans ce travail. Il est notamment possible d'utiliser un stéréo-microscope pour acquérir continuellement des paires d'images hautement résolues de la surface pendant le chargement et mesurer le déplacement hors-plan local [Gon+20; LL20; Ren+15; RK16; Sut+08a]. Comme indiqué dans le deuxième chapitre, du temps a été consacré pendant ces trois années au développement d'un tel dispositif, qui n'a malheureusement pas abouti dans les délais impartis mais a servi de base à une autre thèse en cours au sein du laboratoire.
- La résolution spatiale de mesure des essais présentés dans ce travail est un ordre de grandeur supérieure à l'échelle des dislocations; de ce fait, les discontinuités de déplacement résultantes du glissement ne sont pas captées. Elles ne permettent pas non plus de résoudre les localisations de déformation à l'échelle de la structure lamellaire perlitique, ou dans le cas d'une microstructure fine comme celle en surface des roues forgées trempées et revenues de nuance ER7. Ainsi, il serait précieux de réaliser un essai in-situ sous microscope électronique à balayage afin d'élargir le spectre de données collectées, similairement aux travaux de [IA21] et [VH22].
- Dans ce travail, la morphologie et l'orientation de la microstructure sous la surface des éprouvettes ne sont pas connues. Les analyses présentées dans ce manuscrit seraient considérablement enrichies par la connaissance de ces dernières. Cela pourrait être réalisé par des polissages successifs de la surface de l'éprouvette après essai, et une reconstruction de la microstructure a posteriori sous l'hypothèse de petites transformations [DeM+21].
- Pour finir, en lien avec le point précédent, il est intuitif que le comportement et les mécanismes de déformation des grains à cœur des matériaux polycristallins ne sont a priori pas parfaitement identiques à ceux des grains en surface [Rov+18; Sti+21]. Bien que la mesure de champs mécaniques dans le volume des aciers ferroviaires constitue une thèse en soit, il serait extrêmement intéressant de vérifier à quel point les analyses de ce travail sont transposées ou non dans le volume des éprouvettes. La technique de microscopie 3D par diffraction des rayons X pourrait être considérée [Ber+20].

Bibliographie

- [AB08] S. ALLAIN et O. BOUAZIZ. « Microstructure Based Modeling for the Mechanical Behavior of Ferrite–Pearlite Steels Suitable to Capture Isotropic and Kinematic Hardening ». In : *Materials Science and Engineering : A* 496.1 (nov. 2008), p. 329-336. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2008.06.009 (cf. p. 96).
- [Abu+12] W. ABUZAIID, M. D. SANGID, J. D. CARROLL, H. SEHITOGLU et J. LAMBROS. « Slip Transfer and Plastic Strain Accumulation across Grain Boundaries in Hastelloy X ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 60.6 (juin 2012), p. 1201-1220. ISSN : 0022-5096. DOI : 10.1016/j.jmps.2012.02.001 (cf. p. 84, 86).
- [Ada+08] Y. ADACHI, S. MOROOKA, K. NAKAJIMA et Y. SUGIMOTO. « Computer-Aided Three-Dimensional Visualization of Twisted Cementite Lamellae in Eutectoid Steel ». In : *Acta Materialia* 56.20 (déc. 2008), p. 5995-6002. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2008.08.017 (cf. p. 179).
- [AH91] V. S. ANANTHAN et E. O. HALL. « Macroscopic Aspects of Lüders Band Deformation in Mild Steel ». In : *Acta Metallurgica et Materialia* 39.12 (déc. 1991), p. 3153-3160. ISSN : 0956-7151. DOI : 10.1016/0956-7151(91)90049-7 (cf. p. 16).
- [All+12] N. ALLAIN-BONASSO, F. WAGNER, S. BERBENNI et D. P. FIELD. « A Study of the Heterogeneity of Plastic Deformation in IF Steel by EBSD ». In : *Materials Science and Engineering : A* 548 (juin 2012), p. 56-63. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2012.03.068 (cf. p. 65, 81).
- [Ara+14] M. M. ARANDA, B. KIM, R. REMENTERIA, C. CAPDEVILA et C. GARCÍA DE ANDRÉS. « Effect of Prior Austenite Grain Size on Pearlite Transformation in a Hypoeutectoid Fe-C-Mn Steel ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 45.4 (avr. 2014), p. 1778-1786. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/s11661-013-1996-0 (cf. p. 180).
- [ASL13] W. ABUZAIID, H. SEHITOGLU et J. LAMBROS. « Plastic Strain Localization and Fatigue Micro-Crack Formation in Hastelloy X ». In : *Materials Science and Engineering : A* 561 (jan. 2013), p. 507-519. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2012.10.072 (cf. p. 2, 156).
- [ASM08] ASM INTERNATIONAL. « The Iron-Carbon System ». In : *METALLURGY and ENGINEERING ALLOYS*. F.C. Campbell. 2008. ISBN : 978-1-62708-251-8 (cf. p. 179, 184).
- [ASM91] ASM INTERNATIONAL. *Atlas of Time-Temperature Diagrams for Irons and Steels*. Van der Voort. 1991 (cf. p. 20, 21).
- [Bau15] P. BAUDOIN. « Caractérisation et Identification de Propriétés de Matériaux Métalliques à Gradients de Microstructure ». Mécanique. Lille 1, avr. 2015 (cf. p. 1, 2, 9, 10, 63, 67, 69, 82, 119, 123, 150, 151).

- [Bay+16] E. BAYERSCHEN, A. T. McBRIDE, B. D. REDDY et T. BÖHLKE. « Review on Slip Transmission Criteria in Experiments and Crystal Plasticity Models ». In : *Journal of Materials Science* 51.5 (mar. 2016), p. 2243-2258. ISSN : 1573-4803. DOI : 10.1007/s10853-015-9553-4 (cf. p. 92).
- [Ben06] J. BENABES. « Approche énergétique non locale du calcul de durée de vie de structures en fatigue multiaxiale sous chargements d'amplitude variable : application à une roue de train ferroviaire ». Mécanique. Arts et Métiers ParisTech, déc. 2006 (cf. p. 13).
- [Ber+15] B. BERISHA, C. RAEMY, C. BECKER, M. GORJI et P. HORA. « Multiscale Modeling of Failure Initiation in a Ferritic-Pearlitic Steel ». In : *Acta Materialia* 100 (nov. 2015), p. 191-201. ISSN : 13596454. DOI : 10.1016/j.actamat.2015.08.035 (cf. p. 116, 119, 134).
- [Ber+20] J. BERNIER, R. M. SUTER, A. D. ROLLETT et J. D. ALMER. « High-Energy X-Ray Diffraction Microscopy in Materials Science ». In : *Annual Review of Materials Research* 50.1 (2020), p. 395-436. DOI : 10.1146/annurev-matsci-070616-124125 (cf. p. 35, 66, 156).
- [Ber+22] A. BERGER, J. F. WITZ, A. EL BARTALI, T. SADAT, N. LIMODIN, M. DUBAR et D. NAJJAR. « Experimental Investigation of Early Strain Heterogeneities and Localizations in Polycrystalline α -Fe during Monotonic Loading ». In : *International Journal of Plasticity* 153 (juin 2022), p. 103253. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2022.103253 (cf. p. 63).
- [BFC01] F. BARBE, S. FOREST et G. CAILLETAUD. « Intergranular and Intragranular Behavior of Polycrystalline Aggregates. Part 2 : Results ». In : *International Journal of Plasticity* 17.4 (jan. 2001), p. 537-563. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/S0749-6419(00)00062-0 (cf. p. 64).
- [BH06] H. K. D. H BHADSHIA et R. W. K. HONEYCOMBE. *Steels - Microstructure and Properties*. Third Edition. 2006 (cf. p. 177, 180, 184).
- [BH94] R. L. BODNAR et S. S. HANSEN. « Effects of Widmanstätten Ferrite on the Mechanical Properties of a 0.2 Pct C-0.7 Pct Mn Steel ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 25.4 (avr. 1994), p. 763-773. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02665453 (cf. p. 180, 184).
- [Bha+21] J. J. BHATTACHARYYA, S. NAIR, D. C. PAGAN, V. TARI, R. A. LEBENSOHN, A. D. ROLLETT et S. R. AGNEW. « Elastoplastic Transition in a Metastable β -Titanium Alloy, Timetal-18 – An in-Situ Synchrotron X-ray Diffraction Study ». In : *International Journal of Plasticity* 139 (avr. 2021), p. 102947. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2021.102947 (cf. p. 66, 81).
- [BHR06] G. BESNARD, F. HILD et S. ROUX. « “Finite-Element” Displacement Fields Analysis from Digital Images : Application to Portevin–Le Châtelier Bands ». In : *Experimental Mechanics* 46.6 (déc. 2006), p. 789-803. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-006-9824-8 (cf. p. 37).
- [BHS11] F. BACHMANN, R. HIELSCHER et H. SCHAEUBEN. « Grain Detection from 2d and 3d EBSD Data—Specification of the MTEX Algorithm ». In : *Ultramicroscopy* 111.12 (déc. 2011), p. 1720-1733. ISSN : 0304-3991. DOI : 10.1016/j.ultramicro.2011.08.002 (cf. p. 23, 60).

- [BHS+19] M. BEN HAJ SLAMA, N. MALOUFI, J. GUYON, S. BAH, L. WEISS et A. GUITTON. « In Situ Macroscopic Tensile Testing in SEM and Electron Channeling Contrast Imaging : Pencil Glide Evidenced in a Bulk β -Ti21S Polycrystal ». In : *Materials* 12.15 (jan. 2019), p. 2479. DOI : 10.3390/ma12152479 (cf. p. 63).
- [BHS+21] M. BEN HAJ SLAMA, V. TAUPIN, N. MALOUFI, K. VENKATRAMAN, A. D. ROLLETT, R. A. LEBENSOHN, S. BERBENNI, B. BEAUSIR et A. GUITTON. « Electron Channeling Contrast Imaging Characterization and Crystal Plasticity Modelling of Dislocation Activity in Ti21S BCC Material ». In : *Materialia* 15 (mar. 2021), p. 100996. ISSN : 2589-1529. DOI : 10.1016/j.mtla.2020.100996 (cf. p. 74, 83).
- [Bie+09] T. R. BIELER, P. EISENLOHR, F. ROTERS, D. KUMAR, D. E. MASON, M. A. CRIMP et D. RAABE. « The Role of Heterogeneous Deformation on Damage Nucleation at Grain Boundaries in Single Phase Metals ». In : *International Journal of Plasticity*. Exploring New Horizons of Metal Forming Research 25.9 (sept. 2009), p. 1655-1683. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2008.09.002 (cf. p. 67).
- [BLN02] C. M. BAE, C. S. LEE et W. J. NAM. « Effect of Carbon Content on Mechanical Properties of Fully Pearlitic Steels ». In : *Materials Science and Technology* 18.11 (nov. 2002), p. 1317-1321. ISSN : 0267-0836. DOI : 10.1179/02670830225007556 (cf. p. 29, 31, 179).
- [Bod08] L. BODELOT. « Étude couplée des champs cinématiques et thermiques à l'échelle de la microstructure des matériaux métalliques ». Mécanique. Université des Sciences et Technologie de Lille - Lille I, nov. 2008 (cf. p. 2, 156).
- [Boo89] F. L. BOOKSTEIN. « Principal Warps : Thin-Plate Splines and the Decomposition of Deformations ». In : *IEEE Transactions on Pattern Analysis and Machine Intelligence* 11.6 (juin 1989), p. 567-585. ISSN : 1939-3539. DOI : 10.1109/34.24792 (cf. p. 60).
- [Bor+09] M. BORNERT, F. BRÉMAND, P. DOUMALIN, J.-C. DUPRÉ, M. FAZZINI, M. GRÉDIAC, F. HILD, S. MISTOU, J. MOLIMARD, J.-J. ORTEU, L. ROBERT, Y. SURREL, P. VACHER et B. WATTRISSE. « Assessment of Digital Image Correlation Measurement Errors : Methodology and Results ». In : *Experimental Mechanics* 49.3 (juin 2009), p. 353-370. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-008-9204-7 (cf. p. 38).
- [BPA21] J. J. BHATTACHARYYA, D. C. PAGAN et S. R. AGNEW. « Large Rotations of the Grain-Scale Stress Tensor during Yielding Set the Stage for Failure ». In : *International Journal of Plasticity* (août 2021), p. 103087. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2021.103087 (cf. p. 66).
- [Bra00] G. BRADSKI. « The OpenCV Library ». In : *Dr. Dobb's Journal of Software Tools* (2000) (cf. p. 8).
- [BVM05] F. BRIDIER, P. VILLECHASSE et J. MENDEZ. « Analysis of the Different Slip Systems Activated by Tension in a Alpha/Beta Titanium Alloy in Relation with Local Crystallographic Orientation ». In : *Acta Materialia* 53.3 (fév. 2005), p. 555-567. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2004.09.040 (cf. p. 188).
- [Cac+03] P. CACHIER, E. BARDINET, D. DORMONT, X. PENNEC et N. AYACHE. « Iconic Feature Based Nonrigid Registration : The PASHA Algorithm ». In : *Computer Vision and Image Understanding*. Nonrigid Image Registration 89.2 (fév. 2003), p. 272-298. ISSN : 1077-3142. DOI : 10.1016/S1077-3142(03)00002-X (cf. p. 43).
- [Cai10] D. CAILLARD. « Kinetics of Dislocations in Pure Fe. Part I. In Situ Straining Experiments at Room Temperature ». In : *Acta Materialia* 58.9 (mai 2010), p. 3493-3503. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2010.02.023 (cf. p. 64, 76).

- [Car+10] J. CARROLL, W. ABUZAIID, J. LAMBROS et H. SEHITOGLU. « An Experimental Methodology to Relate Local Strain to Microstructural Texture ». In : *Review of Scientific Instruments* 81.8 (août 2010), p. 083703. ISSN : 0034-6748. DOI : 10.1063/1.3474902 (cf. p. 40).
- [Car+13] J. D. CARROLL, B. G. CLARK, T. E. BUCHHEIT, B. L. BOYCE et C. R. WEINBERGER. « An Experimental Statistical Analysis of Stress Projection Factors in BCC Tantalum ». In : *Materials Science and Engineering : A* 581 (oct. 2013), p. 108-118. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2013.05.085 (cf. p. 66, 81, 82, 114).
- [CC51] A. T. CHURCHMAN et A. H. COTTRELL. « Yield Phenomenon and Twinning in Alpha-Iron ». In : *Nature* 167.4258 (juin 1951), p. 943-945. ISSN : 1476-4687. DOI : 10.1038/167943b0 (cf. p. 63).
- [CD17] Z. CHEN et S. H. DALY. « Active Slip System Identification in Polycrystalline Metals by Digital Image Correlation (DIC) ». In : *Experimental Mechanics* 57.1 (jan. 2017), p. 115-127. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-016-0217-3 (cf. p. 83).
- [Cha+21] M. A. CHARPAGNE, J. HESTROFFER, A. T. POLONSKY, M. P. ECHLIN, D. TEXIER, V. VALLE, I. J. BEYERLEIN, T. M. POLLOCK et J. C. STINVILLE. « Slip Localization in Inconel 718 : A Three-Dimensional and Statistical Perspective ». In : *Acta Materialia* (juin 2021), p. 117037. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2021.117037 (cf. p. 91).
- [Che+18] Z. CHEN, W. LENTHE, J. C. STINVILLE, M. ECHLIN, T. M. POLLOCK et S. DALY. « High-Resolution Deformation Mapping Across Large Fields of View Using Scanning Electron Microscopy and Digital Image Correlation ». In : *Experimental Mechanics* 58.9 (nov. 2018), p. 1407-1421. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-018-0419-y (cf. p. 39).
- [Chr83] J. W. CHRISTIAN. « Some Surprising Features of the Plastic Deformation of Body-Centered Cubic Metals and Alloys ». In : *Metallurgical Transactions A* 14.7 (juil. 1983), p. 1237-1256. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02664806 (cf. p. 63).
- [CM95] J. W. CHRISTIAN et S. MAHAJAN. « Deformation Twinning ». In : *Progress in Materials Science* 39.1 (jan. 1995), p. 1-157. ISSN : 0079-6425. DOI : 10.1016/0079-6425(94)00007-7 (cf. p. 63).
- [CN03] D. CHANDRASEKARAN et M. NYGÅRDS. « A Study of the Surface Deformation Behaviour at Grain Boundaries in an Ultra-Low-Carbon Steel ». In : *Acta Materialia* 51.18 (oct. 2003), p. 5375-5384. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/S1359-6454(03)00394-X (cf. p. 64).
- [Cou05] T. H. COURTNEY. *Mechanical Behavior of Materials : Second Edition*. Waveland Press, déc. 2005. ISBN : 978-1-4786-0838-7 (cf. p. 188).
- [Cou+21] V. COUTY, J-F. WITZ, C. MARTEL, F. BARI et A. WEISROCK. « CRAPPY : Command and Real-Time Acquisition in Parallelized Python, a Python Module for Experimental Setups ». In : *SoftwareX* 16 (déc. 2021), p. 100848. ISSN : 2352-7110. DOI : 10.1016/j.softx.2021.100848 (cf. p. 44).
- [CRS85] T. C. CHU, W. F. RANSON et M. A. SUTTON. « Applications of Digital-Image-Correlation Techniques to Experimental Mechanics ». In : *Experimental Mechanics* 25.3 (sept. 1985), p. 232-244. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/BF02325092 (cf. p. 35).
- [DAM58] C. A. DUBE, H. I. AARONSON et R. F. MEHL. « La formation de la ferrite proeutectoïde dans les aciers au carbone ». In : *Revue de Métallurgie* 55.3 (mar. 1958), p. 201-210. ISSN : 0035-1563, 1156-3141. DOI : 10.1051/meta1/195855030201 (cf. p. 178).

- [DBT88] M. DOLLAR, I. M. BERNSTEIN et A. W. THOMPSON. « Influence of Deformation Substructure on Flow and Fracture of Fully Pearlitic Steel ». In : *Acta Metallurgica* 36.2 (fév. 1988), p. 311-320. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(88)90008-9 (cf. p. 95-97, 110, 115, 181, 183, 184).
- [DeM+21] R. DEMOTT, N. HAGHDADI, C. KONG, Z. GANDOMKAR, M. KENNEY, P. COLLINS et S. PRIMIG. « 3D Electron Backscatter Diffraction Characterization of Fine α Titanium Microstructures : Collection, Reconstruction, and Analysis Methods ». In : *Ultramicroscopy* 230 (nov. 2021), p. 113394. ISSN : 0304-3991. DOI : 10.1016/j.ultramicro.2021.113394 (cf. p. 156).
- [DG+20] F. DI GIOACCHINO, T. E. J. EDWARDS, G. N. WELLS et W. J. CLEGG. « A New Mechanism of Strain Transfer in Polycrystals ». In : *Scientific Reports* 10.1 (juin 2020), p. 10082. ISSN : 2045-2322. DOI : 10.1038/s41598-020-66569-7 (cf. p. 92).
- [DGD15] F. DI GIOACCHINO et J. Q. DA FONSECA. « An Experimental Study of the Polycrystalline Plasticity of Austenitic Stainless Steel ». In : *International Journal of Plasticity* 74 (nov. 2015), p. 92-109. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2015.05.012 (cf. p. 39, 77, 78, 91).
- [dMW05] J. Q. DA FONSECA, P. M. MUMMERY et P. J. WITHERS. « Full-Field Strain Mapping by Optical Correlation of Micrographs Acquired during Deformation ». In : *Journal of Microscopy* 218.1 (2005), p. 9-21. ISSN : 1365-2818. DOI : 10.1111/j.1365-2818.2005.01461.x (cf. p. 64, 65).
- [Dou+19] B. DOUAT, C. COUPEAU, J. BONNEVILLE, M. DROUET, L. VERNISSE et L. KUBIN. « Atomic-Scale Insight into Non-Crystallographic Slip Traces in Body-Centred Cubic Crystals ». In : *Scripta Materialia* 162 (mar. 2019), p. 292-295. ISSN : 1359-6462. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2018.10.032 (cf. p. 64).
- [DP02] M. R. DAYMOND et H. G. PRIESMEYER. « Elastoplastic Deformation of Ferritic Steel and Cementite Studied by Neutron Diffraction and Self-Consistent Modelling ». In : *Acta Materialia* 50.6 (avr. 2002), p. 1613-1626. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/S1359-6454(02)00026-5 (cf. p. 95, 99).
- [DP17] Y. L. DONG et B. PAN. « A Review of Speckle Pattern Fabrication and Assessment for Digital Image Correlation ». In : *Experimental Mechanics* 57.8 (oct. 2017), p. 1161-1181. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-017-0283-1 (cf. p. 37).
- [Du+18] C. DU, F. MARESCA, M. G. D. GEERS et J. P. M. HOEFNAGELS. « Ferrite Slip System Activation Investigated by Uniaxial Micro-Tensile Tests and Simulations ». In : *Acta Materialia* 146 (mar. 2018), p. 314-327. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2017.12.054 (cf. p. 64, 69, 76).
- [Efs+10] C. EFSTATHIOU, D. E. BOYCE, J. S. PARK, U. LIENERT, P. R. DAWSON et M. P. MILLER. « A Method for Measuring Single-Crystal Elastic Moduli Using High-Energy X-ray Diffraction and a Crystal-Based Finite Element Model ». In : *Acta Materialia* 58.17 (oct. 2010), p. 5806-5819. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2010.06.056 (cf. p. 66, 81).
- [EK05] A. EKBERG et E. KABO. « Fatigue of Railway Wheels and Rails under Rolling Contact and Thermal Loading—an Overview ». In : *Wear. Contact Mechanics and Wear of Rail/Wheel Systems* 258.7 (mar. 2005), p. 1288-1300. ISSN : 0043-1648. DOI : 10.1016/j.wear.2004.03.039 (cf. p. 6).

- [ER04] P. ERIEAU et C. REY. « Modeling of Deformation and Rotation Bands and of Deformation Induced Grain Boundaries in IF Steel Aggregate during Large Plane Strain Compression ». In : *International Journal of Plasticity* 20.10 (oct. 2004), p. 1763-1788. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2003.11.014 (cf. p. 65).
- [FGC13] R. FEDELE, L. GALANTUCCI et A. CIANI. « Global 2D Digital Image Correlation for Motion Estimation in a Finite Element Framework : A Variational Formulation and a Regularized, Pyramidal, Multi-Grid Implementation ». In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 96.12 (2013), p. 739-762. ISSN : 1097-0207. DOI : 10.1002/nme.4577 (cf. p. 36).
- [FGM18] M. FACCOLI, A. GHIDINI et A. MAZZÙ. « Experimental and Numerical Investigation of the Thermal Effects on Railway Wheels for Shoe-Braked High-Speed Train Applications ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.10 (oct. 2018), p. 4544-4554. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/s11661-018-4749-2 (cf. p. 16).
- [Fra+15] P. FRANCIOSI, L. T. LE, G. MONNET, C. KAHLOUN et M. H. CHAVANNE. « Investigation of Slip System Activity in Iron at Room Temperature by SEM and AFM In-Situ Tensile and Compression Tests of Iron Single Crystals ». In : *International Journal of Plasticity* 65 (fév. 2015), p. 226-249. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2014.09.008 (cf. p. 64, 69, 76).
- [Gad+20] E. GADALIŃSKA, A. BACZMAŃSKI, C. BRAHAM, G. GONZALEZ, H. SIDHOM, S. WROŃSKI, T. BUSLAPS et K. WIERZBANOWSKI. « Stress Localisation in Lamellar Cementite and Ferrite during Elastoplastic Deformation of Pearlitic Steel Studied Using Diffraction and Modelling ». In : *International Journal of Plasticity* 127 (avr. 2020), p. 102651. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2019.102651 (cf. p. 95).
- [Gar+01] C GARCÍA DE ANDRÉS, M. J BARTOLOMÉ, C CAPDEVILA, D SAN MARTÍN, F. G CABALLERO et V LÓPEZ. « Metallographic Techniques for the Determination of the Austenite Grain Size in Medium-Carbon Microalloyed Steels ». In : *Materials Characterization* 46.5 (mai 2001), p. 389-398. ISSN : 1044-5803. DOI : 10.1016/S1044-5803(01)00142-5 (cf. p. 19).
- [GL12] N. GUO et Q. LIU. « Back-Scattered Electron Imaging Combined with EBSD Technique for Characterization of Pearlitic Steels ». In : *Journal of Microscopy* 246.3 (2012), p. 221-228. ISSN : 1365-2818. DOI : 10.1111/j.1365-2818.2011.03601.x (cf. p. 23, 101, 116, 179).
- [Gon+20] G. L. G. GONZÁLES, J. A. O. GONZÁLEZ, J. T. PINHO DE CASTRO et J. L. DE FRANÇA FEIRE. « Measuring Elastoplastic Strain Loops in the near Crack-Tip Region Using a Stereo Microscope DIC System ». In : *International Journal of Fatigue* 133 (avr. 2020), p. 105427. ISSN : 0142-1123. DOI : 10.1016/j.ijfatigue.2019.105427 (cf. p. 40, 156).
- [Gue+16] A. GUERY, F. HILD, F. LATOURTE et S. ROUX. « Slip Activities in Polycrystals Determined by Coupling DIC Measurements with Crystal Plasticity Calculations ». In : *International Journal of Plasticity* 81 (juin 2016), p. 249-266. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2016.01.008 (cf. p. 84, 86, 156).
- [Gui10] Y. GUILHEM. « Étude Numérique Des Champs Mécaniques Locaux Dans Les Agrégats Polycristallins d'acier 316L Sous Chargement de Fatigue ». Mécanique. Paris : École nationale supérieure des mines de Paris, 2010 (cf. p. 84).
- [Hal70] E. O. HALL. *Yield Point Phenomena in Metals and Alloys*. Springer, 1970 (cf. p. 16, 123).

- [Ham+21] T. HAMA, T. NISHI, M. OKA, T. MATSUNO, Y. OKITSU, S. HAYASHI, K. TAKADA et H. TAKUDA. « Non-Uniform Deformation Behavior of Coarse-grained Ultralow Carbon Steel Measured Using Digital Image Correlation Method ». In : *ISIJ International* 61.6 (2021), p. 1971-1979. DOI : 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2020-712 (cf. p. 65, 135).
- [Han+21] R. S. HANSEN, K. Z. BURN, C. M. RIGBY, E. K. ASHBY, E. K. NICKERSON et R. B. BERKE. « Digital Image Correlation at Long Working Distances : The Influence of Diffraction Limits ». In : *Measurement* (nov. 2021), p. 110493. ISSN : 0263-2241. DOI : 10.1016/j.measurement.2021.110493 (cf. p. 39).
- [Hay+19] Y. HAYASHI, D. SETOYAMA, Y. HIROSE, T. YOSHIDA et H. KIMURA. « Intragranular Three-Dimensional Stress Tensor Fields in Plastically Deformed Polycrystals ». In : *Science* 366.6472 (déc. 2019), p. 1492-1496. ISSN : 0036-8075, 1095-9203. DOI : 10.1126/science.aax9167 (cf. p. 65, 66, 78, 81, 92).
- [HB08] H. HADDADI et S. BELHABIB. « Use of Rigid-Body Motion for the Investigation and Estimation of the Measurement Errors Related to Digital Image Correlation Technique ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 46.2 (fév. 2008), p. 185-196. ISSN : 0143-8166. DOI : 10.1016/j.optlaseng.2007.05.008 (cf. p. 38).
- [HB76] J. M. HYZAK et I. M. BERNSTEIN. « The Role of Microstructure on the Strength and Toughness of Fully Pearlitic Steels ». In : *Metallurgical Transactions A* 7.8 (août 1976), p. 1217-1224. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02656606 (cf. p. 181, 183, 184).
- [Hon+17] X. HONG, A. GODFREY, C. L. ZHANG, W. LIU et A. CHAPUIS. « Investigation of Grain Subdivision at Very Low Plastic Strains in a Magnesium Alloy ». In : *Materials Science and Engineering : A* 693 (mai 2017), p. 14-21. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2017.03.080 (cf. p. 77).
- [Hos+17] J. HOSDEZ, J-F. WITZ, C. MARTEL, N. LIMODIN, D. NAJJAR, E. CHARKALUK, P. OSMOND et F. SZMYTKA. « Fatigue Crack Growth Law Identification by Digital Image Correlation and Electrical Potential Method for Ductile Cast Iron ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 182 (sept. 2017), p. 577-594. ISSN : 0013-7944. DOI : 10.1016/j.engfracmech.2017.05.037 (cf. p. 42).
- [How98] P. R. HOWELL. « The Pearlite Reaction in Steels Mechanisms and Crystallography : Part I. From H. C. Sorby to R. F. Mehl ». In : *Materials Characterization* 40.4 (avr. 1998), p. 227-260. ISSN : 1044-5803. DOI : 10.1016/S1044-5803(98)00024-2 (cf. p. 179).
- [HR06] F. HILD et S. ROUX. « Measuring Stress Intensity Factors with a Camera : Integrated Digital Image Correlation (I-DIC) ». In : *Comptes Rendus Mécanique* 334 (2006), p. 8-12. DOI : 10.1016/j.crme.2005.11.002 (cf. p. 36).
- [Hsi10] L. L. HSIUNG. « On the Mechanism of Anomalous Slip in Bcc Metals ». In : *Materials Science and Engineering : A. Special Topic Section : Local and Near Surface Structure from Diffraction* 528.1 (nov. 2010), p. 329-337. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2010.09.017 (cf. p. 63, 76).
- [Hum01] F. J. HUMPHREYS. « Review Grain and Subgrain Characterisation by Electron Backscatter Diffraction ». In : *Journal of Materials Science* 36.16 (août 2001), p. 3833-3854. ISSN : 1573-4803. DOI : 10.1023/A:1017973432592 (cf. p. 7, 59).

- [HV05] M. HENNING et H. VEHOFF. « Local Mechanical Behavior and Slip Band Formation within Grains of Thin Sheets ». In : *Acta Materialia* 53.5 (mar. 2005), p. 1285-1292. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2004.10.052 (cf. p. 64, 65).
- [IA21] S. ISAVAND et A. ASSEMPOUR. « Strain Localization and Deformation Behavior in Ferrite-Pearlite Steel Unraveled by High-Resolution in-Situ Testing Integrated with Crystal Plasticity Simulations ». In : *International Journal of Mechanical Sciences* (avr. 2021), p. 106441. ISSN : 0020-7403. DOI : 10.1016/j.ijmecsci.2021.106441 (cf. p. 118, 119, 134, 135, 156).
- [IK77] T. INOUE et S. KINOSHITA. « Strain Partitioning and Void Formation in Ferrite-Pearlite Steels Deformed in Tension ». In : *Transactions of the Iron and Steel Institute of Japan* 17.5 (1977), p. 245-251. DOI : 10.2355/isijinternational1966.17.245 (cf. p. 117, 127, 134, 184).
- [Int18] INTERNATIONAL DIGITAL IMAGE CORRELATION SOCIETY, JONES, E.M.C. AND IADICOLA, M.A. (Eds). *A Good Practices Guide for Digital Image Correlation*. 2018 (cf. p. 35, 37, 38).
- [Ish+15] N. ISHIKAWA, K. YASUDA, H. SUEYOSHI, S. ENDO, H. IKEDA, T. MORIKAWA et K. HIGASHIDA. « Microscopic Deformation and Strain Hardening Analysis of Ferrite-Bainite Dual-Phase Steels Using Micro-Grid Method ». In : *Acta Materialia* 97 (sept. 2015), p. 257-268. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2015.06.037 (cf. p. 135).
- [Izo+07] V. I. IZOTOV, V. A. POZDNYAKOV, E. V. LUK'YANENKO, O. YU. USANOVA et G. A. FILIPPOV. « Influence of the Pearlite Fineness on the Mechanical Properties, Deformation Behavior, and Fracture Characteristics of Carbon Steel ». In : *The Physics of Metals and Metallography* 103.5 (mai 2007), p. 519-529. ISSN : 1555-6190. DOI : 10.1134/S0031918X07050122 (cf. p. 95-98, 107, 115, 181, 182, 184).
- [JEC15] D. H. JOHNSON, M. R. EDWARDS et P. CHARD-TUCKEY. « Microstructural Effects on the Magnitude of Lüders Strains in a Low Alloy Steel ». In : *Materials Science and Engineering : A* 625 (fév. 2015), p. 36-45. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2014.11.084 (cf. p. 16, 123).
- [Jia+15] Z. JIAN, C. DENG-FU, Z. CHENG-QIAN, H. WENG-SING et H. MING-RONG. « The Effects of Heating/Cooling Rate on the Phase Transformations and Thermal Expansion Coefficient of C-Mn as-Cast Steel at Elevated Temperatures ». In : *Journal of Materials Research* 30.13 (juil. 2015), p. 2081-2089. ISSN : 0884-2914, 2044-5326. DOI : 10.1557/jmr.2015.173 (cf. p. 27).
- [JR18] E. M. C. JONES et P. L. REU. « Distortion of Digital Image Correlation (DIC) Displacements and Strains from Heat Waves ». In : *Experimental Mechanics* 58.7 (sept. 2018), p. 1133-1156. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-017-0354-3 (cf. p. 38).
- [KB86a] F. P. L. KAVISHE et T. J. BAKER. « Effect of Prior Austenite Grain Size and Pearlite Interlamellar Spacing on Strength and Fracture Toughness of a Eutectoid Rail Steel ». In : *Materials Science and Technology* 2.8 (août 1986), p. 816-822. ISSN : 0267-0836. DOI : 10.1179/mst.1986.2.8.816 (cf. p. 115, 181, 182, 184).
- [KB86b] F. P. L. KAVISHE et T. J. BAKER. « Micromechanism of Cleavage Fracture in Fully Pearlitic Steels ». In : *Materials Science and Technology* 2.6 (juin 1986), p. 583-588. ISSN : 0267-0836. DOI : 10.1179/mst.1986.2.6.583 (cf. p. 98).

- [KBB21] V. KHADEMI, T. R. BIELER et C. J. BOEHLERT. « On the Correlation between Plastic Strain and Misorientation in Polycrystalline Body-Centered-Cubic Microstructures with an Emphasis on the Grain Size, Loading History, and Crystallographic Orientation ». In : *International Journal of Plasticity* (août 2021), p. 103084. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2021.103084 (cf. p. 66, 82).
- [KF18] A. KUNDU et D. P. FIELD. « Geometrically Necessary Dislocation Density Evolution in Interstitial Free Steel at Small Plastic Strains ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 49.8 (août 2018), p. 3274-3282. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/s11661-018-4693-1 (cf. p. 77).
- [KL75] B. KARLSSON et G. LINDÉN. « Plastic Deformation of Ferrite—Pearlite Structures in Steel ». In : *Materials Science and Engineering* 17.2 (fév. 1975), p. 209-219. ISSN : 0025-5416. DOI : 10.1016/0025-5416(75)90232-3 (cf. p. 117, 127, 134, 184).
- [Kog+12] N. KOGA, N. NAKADA, T. TSUCHIYAMA, S. TAKAKI, M. OJIMA et Y. ADACHI. « Distribution of Elastic Strain in a Pearlite Structure ». In : *Scripta Materialia* 67.4 (août 2012), p. 400-403. ISSN : 1359-6462. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2012.05.034 (cf. p. 184).
- [KS05] M. V. KRAL et G. SPANOS. « Three-Dimensional Analysis and Classification of Grain-Boundary-Nucleated Proeutectoid Ferrite Precipitates ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 36.5 (mai 2005), p. 1199-1207. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/s11661-005-0212-2 (cf. p. 178).
- [LAA16] D. LEGLAND, I. ARGANDA-CARRERAS et P. ANDREY. « MorphoLibJ : Integrated Library and Plugins for Mathematical Morphology with ImageJ ». In : *Bioinformatics* 32.22 (nov. 2016), p. 3532-3534. ISSN : 1367-4803. DOI : 10.1093/bioinformatics/btw413 (cf. p. 59).
- [Lan13] A. LANGUEH. « Contribution Au Dimensionnement Des Roues Ferroviaires En Fatigue de Contact de Roulement ». Thèse de Doctorat. Lille 1, juin 2013 (cf. p. 1, 13).
- [Lan77] G. LANGFORD. « Deformation of Pearlite ». In : *Metallurgical Transactions A* 8.6 (juin 1977), p. 861-875. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02661567 (cf. p. 95, 98, 107).
- [Las+13] G. LASCHET, P. FAYEK, T. HENKE, H. QUADE et U. PRAHL. « Derivation of Anisotropic Flow Curves of Ferrite–Pearlite Pipeline Steel via a Two-Level Homogenisation Scheme ». In : *Materials Science and Engineering : A* 566 (mar. 2013), p. 143-156. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2012.12.064 (cf. p. 116).
- [LB65] A. E. LORD et D. N. BESHES. « Elastic Stiffness Coefficients of Iron from 77 to 673K ». In : *Journal of Applied Physics* 36.5 (mai 1965), p. 1620-1623. ISSN : 0021-8979. DOI : 10.1063/1.1703098 (cf. p. 188).
- [LCD10] P. LAVA, S. COOREMAN et D. DEBRUYNE. « Study of Systematic Errors in Strain Fields Obtained via DIC Using Heterogeneous Deformation Generated by Plastic FEA ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 48.4 (avr. 2010), p. 457-468. ISSN : 0143-8166. DOI : 10.1016/j.optlaseng.2009.08.013 (cf. p. 38).
- [Li+03] S. LI, T. H. YIP, R. V. RAMANUJAN et M. H. LIANG. « In situ TEM Studies of the Mechanisms of Crack Nucleation and Propagation in Fully Lamellar Microstructures ». In : *Materials Science and Technology* 19.7 (juil. 2003), p. 902-906. ISSN : 0267-0836. DOI : 10.1179/026708303225004378 (cf. p. 95, 96, 98, 115).

- [Li+17] Z. LI, N. LIMODIN, A. TANDJAOU, P. QUAEGBEUR, J-F. WITZ et D. BALLOY. « Influence of Fe Content on the Damage Mechanism in A319 Aluminum Alloy : Tensile Tests and Digital Image Correlation ». In : *Engineering Fracture Mechanics*. Modern Imaging Techniques in Fracture and Damage Analyses 183 (oct. 2017), p. 94-108. ISSN : 0013-7944. DOI : 10.1016/j.engfracmech.2017.05.006 (cf. p. 42).
- [Lim+14] H. LIM, J. D. CARROLL, C. C. BATTAILE, T. E. BUCHHEIT, B. L. BOYCE et C. R. WEINBERGER. « Grain-Scale Experimental Validation of Crystal Plasticity Finite Element Simulations of Tantalum Oligocrystals ». In : *International Journal of Plasticity* 60 (sept. 2014), p. 1-18. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2014.05.004 (cf. p. 66).
- [Liu+19] J. H. LIU, N. VANDERESSE, J-C. STINVILLE, T. M. POLLOCK, P. BOCHER et D. TEXIER. « In-Plane and out-of-Plane Deformation at the Sub-Grain Scale in Polycrystalline Materials Assessed by Confocal Microscopy ». In : *Acta Materialia* 169 (mai 2019), p. 260-274. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2019.03.001 (cf. p. 40).
- [LL20] X. LIU et R. LU. « Testing System for the Mechanical Properties of Small-Scale Specimens Based on 3D Microscopic Digital Image Correlation ». In : *Sensors* 20.12 (jan. 2020), p. 3530. DOI : 10.3390/s20123530 (cf. p. 40, 156).
- [LT86] J. J. LEWANDOWSKI et A. W. THOMPSON. « Effects of the Prior Austenite Grain Size on the Ductility of Fully Pearlitic Eutectoid Steel ». In : *Metallurgical Transactions A* 17.3 (mar. 1986), p. 461-472. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02643953 (cf. p. 99, 115, 181, 183, 184).
- [MB76] A. R. MARDER et B. L. BRAMFITT. « The Effect of Morphology on the Strength of Pearlite ». In : *Metallurgical Transactions A* 7.3 (mar. 1976), p. 365-372. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02642832 (cf. p. 184).
- [MHB13] J. MARTEAU, H. HADDADI et S. BOUVIER. « Investigation of Strain Heterogeneities Between Grains in Ferritic and Ferritic-Martensitic Steels ». In : *Experimental Mechanics* 53.3 (mar. 2013), p. 427-439. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-012-9657-6 (cf. p. 65).
- [MKS20] K. MISHRA, V. N. KHIRATKAR et A. SINGH. « Change of Deformation Mechanism through Nano-Structuring of Pearlite : An in-Situ Study ». In : *Materials Characterization* (juil. 2020), p. 110487. ISSN : 1044-5803. DOI : 10.1016/j.matchar.2020.110487 (cf. p. 95, 97, 98).
- [Mod+01] O. P. MODI, N. DESHMUKH, D. P. MONDAL, A. K. JHA, A. H. YEGNESWARAN et H. K. KHAIRA. « Effect of Interlamellar Spacing on the Mechanical Properties of 0.65% C Steel ». In : *Materials Characterization* 46.5 (mai 2001), p. 347-352. ISSN : 1044-5803. DOI : 10.1016/S1044-5803(00)00113-3 (cf. p. 181, 182).
- [MPM12] S. MA, J. PANG et Q. MA. « The Systematic Error in Digital Image Correlation Induced by Self-Heating of a Digital Camera ». In : *Measurement Science and Technology* 23.2 (jan. 2012), p. 025403. ISSN : 0957-0233. DOI : 10.1088/0957-0233/23/2/025403 (cf. p. 38).
- [MS70] L.E. MILLER et G.C. SMITH. « Tensile fractures in carbon steels ». In : *Journal of Iron and Steel Institute* 208 (1970), p. 8 (cf. p. 95-98, 110).
- [MT57] J. K. MACKENZIE et M. J. THOMSON. « Some Statistics Associated with the Random Disorientation of Cubes ». In : *Biometrika* 44.1-2 (juin 1957), p. 205-210. ISSN : 0006-3444. DOI : 10.1093/biomet/44.1-2.205 (cf. p. 189).

- [MTK08] S. MOROOKA, Y. TOMOTA et T. KAMIYAMA. « Heterogeneous Deformation Behavior Studied by *in Situ* Neutron Diffraction during Tensile Deformation for Ferrite, Martensite and Pearlite Steels ». In : *ISIJ International* 48.4 (2008), p. 525-530. DOI : 10.2355/isijinternational.48.525 (cf. p. 64, 66).
- [Muk+20] S. MUKHERJEE, A. KUNDU, P. S. DE, J. K. MAHATO, P. C. CHAKRABORTI, M. SHOME et D. BHATTACHARJEE. « In-situ Investigation of Tensile Deformation Behaviour of Cold-Rolled Interstitial-Free High-Strength Steel in Scanning Electron Microscope ». In : *Materials Science and Engineering : A* 776 (mar. 2020), p. 139029. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2020.139029 (cf. p. 64, 67, 76).
- [Mus+21] W. D. MUSINSKI, P. A. SHADE, D. C. PAGAN et J. V. BERNIER. « Statistical Aspects of Grain-Level Strain Evolution and Reorientation during the Heating and Elastic-Plastic Loading of a Ni-base Superalloy at Elevated Temperature ». In : *Materialia* (mar. 2021), p. 101063. ISSN : 2589-1529. DOI : 10.1016/j.mtla.2021.101063 (cf. p. 81, 94).
- [Nak+15] N. NAKADA, N. KOGA, Y. TANAKA, T. TSUCHIYAMA, S. TAKAKI et M. UEDA. « Strengthening of Pearlitic Steel by Ferrite/Cementite Elastic Misfit Strain ». In : *ISIJ International* 55.9 (2015), p. 2036-2038. DOI : 10.2355/isijinternational.ISIJINT-2015-102 (cf. p. 184).
- [Nez+16] P. D. NEZHADFAR, A. ZAREI-HANZAKI, S. S. SOHN et H. R. ABEDI. « Characterization of Twin-like Structure in a Ferrite-Based Lightweight Steel ». In : *Metals and Materials International* 22.5 (sept. 2016), p. 810-816. ISSN : 2005-4149. DOI : 10.1007/s12540-016-6113-7 (cf. p. 63).
- [Nic+11] G. NICOLETTO, T. MARIN, G. ANZELOTTI et R. RONCELLA. « Application of High Magnification Digital Image Correlation Technique to Micromechanical Strain Analysis ». In : *Strain* 47.s1 (2011), e66-e73. ISSN : 1475-1305. DOI : 10.1111/j.1475-1305.2008.00489.x (cf. p. 40).
- [Noe+17] P. NOELL, JAY CARROLL, K. HATTAR, B. CLARK et B. BOYCE. « Do Voids Nucleate at Grain Boundaries during Ductile Rupture? » In : *Acta Materialia* 137 (sept. 2017), p. 103-114. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2017.07.004 (cf. p. 67).
- [NP21] N. NARASIMHA PRASAD. *Mechanical Behaviour of Steels for Railway Wheel Application*. Master Thesis. Villeneuve d'Ascq : LaMcube, 2021 (cf. p. 15).
- [Odd+15] J. ODDERSHEDE, J. P. WRIGHT, A. BEAUDOIN et G. WINTHER. « Deformation-Induced Orientation Spread in Individual Bulk Grains of an Interstitial-Free Steel ». In : *Acta Materialia* 85 (fév. 2015), p. 301-313. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2014.11.038 (cf. p. 64-66, 77).
- [ODW04] E. C. OLIVER, M. R. DAYMOND et P. J. WITHERS. « Interphase and Intergranular Stress Generation in Carbon Steels ». In : *Acta Materialia* 52.7 (avr. 2004), p. 1937-1951. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2003.12.035 (cf. p. 64, 66).
- [Oh+21] H. S. OH, K. BIGGS, O. GÜVENÇ, H. GHASSEMI-ARMAKI, N. POTTORRE et C. C. TASAN. « In-Situ Investigation of Strain Partitioning and Microstructural Strain Path Development up to and beyond Necking ». In : *Acta Materialia* (mai 2021), p. 117023. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2021.117023 (cf. p. 135).
- [Pan+13] B. PAN, L. YU, D. WU et L. TANG. « Systematic Errors in Two-Dimensional Digital Image Correlation Due to Lens Distortion ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 51.2 (fév. 2013), p. 140-147. ISSN : 0143-8166. DOI : 10.1016/j.optlaseng.2012.08.012 (cf. p. 38, 46).

- [Pan+15] B. PAN, B. WANG, G. LUBINEAU et A. MOUSSAWI. « Comparison of Subset-Based Local and Finite Element-Based Global Digital Image Correlation ». In : *Experimental Mechanics* 55.5 (juin 2015), p. 887-901. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-015-9989-0 (cf. p. 37).
- [Pan18] B. PAN. « Digital Image Correlation for Surface Deformation Measurement : Historical Developments, Recent Advances and Future Goals ». In : *Measurement Science and Technology* 29.8 (juin 2018), p. 082001. ISSN : 0957-0233. DOI : 10.1088/1361-6501/aac55b (cf. p. 35).
- [Pat+12] S. PATRA, Sk. Md. HASAN, N. NARASIAH et D. CHAKRABARTI. « Effect of Bimodal Distribution in Ferrite Grain Sizes on the Tensile Properties of Low-Carbon Steels ». In : *Materials Science and Engineering : A* 538 (mar. 2012), p. 145-155. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2011.12.114 (cf. p. 150).
- [Pat+13] L. PATRIARCA, W. ABUZAIID, H. SEHITOGLU et H. J. MAIER. « Slip Transmission in Bcc FeCr Polycrystal ». In : *Materials Science and Engineering : A* 588 (déc. 2013), p. 308-317. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2013.08.050 (cf. p. 92).
- [Pau+19] C. O. PAULSEN, E. FAGERHOLT, T. BØRVIK et I. WESTERMANN. « Comparing In Situ DIC Results from an Etched Surface with a Gold Speckled Surface ». In : *Metals* 9.8 (août 2019), p. 820. DOI : 10.3390/met9080820 (cf. p. 56, 118, 127, 134).
- [PB79] Y. J. PARK et I. M. BERNSTEIN. « The Process of Crack Initiation and Effective Grain Size for Cleavage Fracture in Pearlitic Eutectoid Steel ». In : *Metallurgical Transactions A* 10.11 (nov. 1979), p. 1653-1664. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/BF02811698 (cf. p. 95, 99, 184).
- [PCG17] S. PAPANIKOLAOU, Y. CUI et N. GHONIEM. « Avalanches and Plastic Flow in Crystal Plasticity : An Overview ». In : *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering* 26.1 (déc. 2017), p. 013001. ISSN : 0965-0393. DOI : 10.1088/1361-651X/aa97ad (cf. p. 94).
- [PES78] D. A. PORTER, K. E. EASTERLING et G. D. W. SMITH. « Dynamic Studies of the Tensile Deformation and Fracture of Pearlite ». In : *Acta Metallurgica* 26.9 (sept. 1978), p. 1405-1422. ISSN : 0001-6160. DOI : 10.1016/0001-6160(78)90156-6 (cf. p. 95, 97, 98, 107).
- [Pok+15] R. POKHAREL, J. LIND, S. F. LI, P. KENESEI, R. A. LEBENSOHN, R. M. SUTER et A. D. ROLLETT. « In-Situ Observation of Bulk 3D Grain Evolution during Plastic Deformation in Polycrystalline Cu ». In : *International Journal of Plasticity* 67 (avr. 2015), p. 217-234. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2014.10.013 (cf. p. 92).
- [PR82] W. H. PETERS et W. F. RANSON. « Digital Imaging Techniques In Experimental Stress Analysis ». In : *Optical Engineering* 21.3 (juin 1982), p. 213427. ISSN : 0091-3286, 1560-2303. DOI : 10.1117/12.7972925 (cf. p. 35).
- [Puc+21] E. S. PUCHI-CABRERA, J-D. GUÉRIN, J. G. LA BARBERA-SOSA, M. DUBAR et L. DUBAR. « Effect of Initial Grain Size on the Mechanical Behaviour of Austenite during Deformation under Hot-Working Conditions ». In : *Materials Science and Engineering : A* 799 (jan. 2021), p. 139553. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2020.139553 (cf. p. 29).
- [PXW10] B. PAN, H. XIE et Z. WANG. « Equivalence of Digital Image Correlation Criteria for Pattern Matching ». In : *Applied Optics* 49.28 (oct. 2010), p. 5501-5509. ISSN : 2155-3165. DOI : 10.1364/AO.49.005501 (cf. p. 35).

- [PYZ18] B. PAN, L. YU et Q. ZHANG. « Review of Single-Camera Stereo-Digital Image Correlation Techniques for Full-Field 3D Shape and Deformation Measurement ». In : *Science China Technological Sciences* 61.1 (jan. 2018), p. 2-20. ISSN : 1869-1900. DOI : 10.1007/s11431-017-9090-x (cf. p. 39).
- [Qiu+20] H. QIU, R. UEJI, Y. KIMURA et T. INOUE. « Heterogeneous Distribution of Microstrain Evolved During Tensile Deformation of Polycrystalline Plain Low Carbon Steel ». In : *Metals* 10.6 (juin 2020), p. 774. DOI : 10.3390/met10060774 (cf. p. 65).
- [Raa+01] D. RAABE, M. SACHTLEBER, Z. ZHAO, F. ROTERS et S. ZAEFFERER. « Micromechanical and Macromechanical Effects in Grain Scale Polycrystal Plasticity Experimentation and Simulation ». In : *Acta Materialia* 49.17 (oct. 2001), p. 3433-3441. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/S1359-6454(01)00242-7 (cf. p. 64).
- [Ren+15] Maodong REN, Jin LIANG, Leigang LI, Bin WEI, Lizhong WANG et Zhengzong TANG. « Accurate Three-Dimensional Shape and Deformation Measurement at Microscale Using Digital Image Correlation ». In : *Review of Scientific Instruments* 86.7 (juil. 2015), p. 075102. ISSN : 0034-6748. DOI : 10.1063/1.4926645 (cf. p. 40, 156).
- [Rét+10] J. RÉTHORÉ, T. ELGUEDJ, P. SIMON et M. CORET. « On the Use of NURBS Functions for Displacement Derivatives Measurement by Digital Image Correlation ». In : *Experimental Mechanics* 50.7 (sept. 2010), p. 1099-1116. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-009-9304-z (cf. p. 37).
- [RGB80] A. ROÓSZ, Z. GÁCSI et M. K. BAAN. « A Simple Method for Determining the True Interlamellar Spacing ». In : *Metallography* 13.4 (déc. 1980), p. 299-306. ISSN : 0026-0800. DOI : 10.1016/0026-0800(80)90027-0 (cf. p. 8).
- [RHR07] J. RÉTHORÉ, F. HILD et S. ROUX. « Shear-Band Capturing Using a Multiscale Extended Digital Image Correlation Technique ». In : *Computer Methods in Applied Mechanics and Engineering* 196.49 (nov. 2007), p. 5016-5030. ISSN : 0045-7825. DOI : 10.1016/j.cma.2007.06.019 (cf. p. 37).
- [RK16] T. RUSIN et M. KOPERNIK. « Characterization of Biocompatible Materials Using Stereo Microscope 3D Digital Image Correlation ». In : *Advanced Engineering Materials* 18.9 (2016), p. 1651-1660. ISSN : 1527-2648. DOI : 10.1002/adem.201600266 (cf. p. 40, 156).
- [RM91] K. K. RAY et D. MONDAL. « The Effect of Interlamellar Spacing on Strength of Pearlite in Annealed Eutectoid and Hypoeutectoid Plain Carbon Steels ». In : *Acta Metallurgica et Materialia* 39.10 (oct. 1991), p. 2201-2208. ISSN : 0956-7151. DOI : 10.1016/0956-7151(91)90002-I (cf. p. 184).
- [Rou16] C. ROUX. « Dimensionnement en fatigue multiaxiale des toiles de roues ferroviaires sous sollicitations multi-paramètres à amplitude variable ». Matériau. Université Paris-Saclay, déc. 2016 (cf. p. 16).
- [Rov+18] A. ROVINELLI, M. D. SANGID, H. PROUDHON, Y. GUILHEM, R. A. LEBENSOHN et W. LUDWIG. « Predicting the 3D Fatigue Crack Growth Rate of Small Cracks Using Multimodal Data via Bayesian Networks : In-situ Experiments and Crystal Plasticity Simulations ». In : *Journal of the Mechanics and Physics of Solids* 115 (juin 2018), p. 208-229. ISSN : 0022-5096. DOI : 10.1016/j.jmps.2018.03.007 (cf. p. 156).
- [SBS00] H. W. SCHREIER, J. R. BRAASCH et M. A. SUTTON. « Systematic Errors in Digital Image Correlation Caused by Intensity Interpolation ». In : *Optical Engineering* 39 (nov. 2000). ISSN : 0091-3286. DOI : 10.1117/1.1314593 (cf. p. 35).

- [Seg12] R. SEGHIR. « Experimental and Numerical Investigation of Thermomechanical Couplings and Energy Balance in Metallic Polycrystals ». *Mécanique*. Ecole Centrale de Lille, mar. 2012 (cf. p. 2, 156).
- [SGS04] H. W. SCHREIER, D. GARCIA et M. A. SUTTON. « Advances in Light Microscope Stereo Vision ». In : *Experimental Mechanics* 44.3 (juin 2004), p. 278-288. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/BF02427894 (cf. p. 40).
- [SH51] W. SYLWESTROWICZ et E. O. HALL. « The Deformation and Ageing of Mild Steel ». In : *Proceedings of the Physical Society. Section B* 64.6 (juin 1951), p. 495-502. ISSN : 0370-1301. DOI : 10.1088/0370-1301/64/6/305 (cf. p. 16, 123).
- [Shi+06] T. SHINOZAKI, S. MOROOKA, T. SUZUKI, Y. TOMOTA et T. KAMIYAMA. « Influence of Lamellar Spacing on Deformation Behavior of Pearlite Steels Studied by In Situ Neutron Diffraction ». In : *The 3rd International Conference on Advanced Structural Steels*. Gyeongju, Korea, 2006 (cf. p. 95, 96, 99, 115).
- [Sid+15] H. SIDHOM, H. YAHYAOU, C. BRAHAM et G. GONZALEZ. « Analysis of the Deformation and Damage Mechanisms of Pearlitic Steel by EBSD and “in-Situ” SEM Tensile Tests ». In : *Journal of Materials Engineering and Performance* 24.7 (juil. 2015), p. 2586-2596. ISSN : 1544-1024. DOI : 10.1007/s11665-015-1537-7 (cf. p. 95, 97).
- [SLM97] Z. SUN, J. S. LYONS et S. R. MCNEILL. « Measuring Microscopic Deformations with Digital Image Correlation ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 27.4 (juil. 1997), p. 409-428. ISSN : 0143-8166. DOI : 10.1016/S0143-8166(96)00041-3 (cf. p. 40).
- [SOS09] M. A. SUTTON, J.-J. ORTEU et H. W. SCHREIER. *Image Correlation for Shape, Motion and Deformation Measurements : Basic Concepts, Theory and Applications*. Springer, 2009. DOI : 10.1007/978-0-387-78747-3 (cf. p. 2, 35, 38).
- [SR13] R. SCHWAB et V. RUFF. « On the Nature of the Yield Point Phenomenon ». In : *Acta Materialia* 61.5 (mar. 2013), p. 1798-1808. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2012.12.003 (cf. p. 16).
- [SS02] H. W. SCHREIER et M. A. SUTTON. « Systematic Errors in Digital Image Correlation Due to Undermatched Subset Shape Functions ». In : *Experimental Mechanics* 42.3 (sept. 2002), p. 303-310. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/BF02410987 (cf. p. 37).
- [Sti+15] J. C. STINVILLE, N. VANDERESSE, F. BRIDIER, P. BOCHER et T. M. POLLOCK. « High Resolution Mapping of Strain Localization near Twin Boundaries in a Nickel-Based Superalloy ». In : *Acta Materialia* 98 (oct. 2015), p. 29-42. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2015.07.016 (cf. p. 78).
- [Sti+20] J. C. STINVILLE, M. A. CHARPAGNE, F. BOURDIN, P. G. CALLAHAN, Z. CHEN, M. P. ECHLIN, D. TEXIER, J. CORMIER, P. VILLECHAISE, T. M. POLLOCK et V. VALLE. « Measurement of Elastic and Rotation Fields during Irreversible Deformation Using Heaviside-digital Image Correlation ». In : *Materials Characterization* 169 (nov. 2020), p. 110600. ISSN : 1044-5803. DOI : 10.1016/j.matchar.2020.110600 (cf. p. 39).
- [Sti+21] J. C. STINVILLE, W. LUDWIG, P. G. CALLAHAN, M. P. ECHLIN, V. VALLE, T. M. POLLOCK et H. PROUDHON. « Observation of Bulk Plasticity in a Polycrystalline Titanium Alloy by Diffraction Contrast Tomography and Topotomography ». In : *arXiv :2111.05611 [cond-mat]* (nov. 2021). arXiv : 2111.05611 [cond-mat] (cf. p. 156).

- [Sto+11] M. R. STOUDT, L. E. LEVINE, A. CREUZIGER et J. B. HUBBARD. « The Fundamental Relationships between Grain Orientation, Deformation-Induced Surface Roughness and Strain Localization in an Aluminum Alloy ». In : *Materials Science and Engineering : A* 530 (déc. 2011), p. 107-116. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2011.09.050 (cf. p. 76).
- [Sut+07a] M. A. SUTTON, N. LI, D. GARCIA, N. CORNILLE, J. J. ORTEU, S. R. MCNEILL, H. W. SCHREIER, X. LI et A. P. REYNOLDS. « Scanning Electron Microscopy for Quantitative Small and Large Deformation Measurements Part II : Experimental Validation for Magnifications from 200 to 10,000 ». In : *Experimental Mechanics* 47.6 (déc. 2007), p. 789-804. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-007-9041-0 (cf. p. 39).
- [Sut+07b] M. A. SUTTON, N. LI, D. C. JOY, A. P. REYNOLDS et X. LI. « Scanning Electron Microscopy for Quantitative Small and Large Deformation Measurements Part I : SEM Imaging at Magnifications from 200 to 10,000 ». In : *Experimental Mechanics* 47.6 (déc. 2007), p. 775-787. ISSN : 1741-2765. DOI : 10.1007/s11340-007-9042-z (cf. p. 39).
- [Sut+08a] M. A. SUTTON, X. KE, S. M. LESSNER, M. GOLDBACH, M. YOST, F. ZHAO et H. W. SCHREIER. « Strain Field Measurements on Mouse Carotid Arteries Using Microscopic Three-Dimensional Digital Image Correlation ». In : *Journal of Biomedical Materials Research Part A* 84A.1 (2008), p. 178-190. ISSN : 1552-4965. DOI : 10.1002/jbm.a.31268 (cf. p. 40, 156).
- [Sut+08b] M. A. SUTTON, J. H. YAN, V. TIWARI, H. W. SCHREIER et J. J. ORTEU. « The Effect of Out-of-Plane Motion on 2D and 3D Digital Image Correlation Measurements ». In : *Optics and Lasers in Engineering* 46.10 (oct. 2008), p. 746-757. ISSN : 0143-8166. DOI : 10.1016/j.optlaseng.2008.05.005 (cf. p. 38, 40, 46).
- [Sut+83] M. A. SUTTON, W. J. WOLTERS, W. H. PETERS, W. F. RANSON et S. R. MCNEILL. « Determination of Displacements Using an Improved Digital Correlation Method ». In : *Image and Vision Computing* 1.3 (août 1983), p. 133-139. ISSN : 0262-8856. DOI : 10.1016/0262-8856(83)90064-1 (cf. p. 35).
- [Tan+14] M. TANAKA, Y. YOSHIMI, K. HIGASHIDA, T. SHIMOKAWA et T. OHASHI. « A Multiscale Approach for the Deformation Mechanism in Pearlite Microstructure : Experimental Measurements of Strain Distribution Using a Novel Technique of Precision Markers ». In : *Materials Science and Engineering : A* 590 (jan. 2014), p. 37-43. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2013.09.072 (cf. p. 95, 97, 115).
- [Tan+19] X. F. TANG, L. F. PENG, S. Q. SHI et M. W. FU. « Influence of Crystal Structure on Size Dependent Deformation Behavior and Strain Heterogeneity in Micro-Scale Deformation ». In : *International Journal of Plasticity* 118 (juil. 2019), p. 147-172. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2019.02.004 (cf. p. 65, 74, 82).
- [Tas+14] C. C. TASAN, J. P. M. HOEFNAGELS, M. DIEHL, D. YAN, F. ROTERS et D. RAABE. « Strain Localization and Damage in Dual Phase Steels Investigated by Coupled In-Situ Deformation Experiments and Crystal Plasticity Simulations ». In : *International Journal of Plasticity*. Deformation Tensors in Material Modeling in Honor of Prof. Otto T. Bruhns 63 (déc. 2014), p. 198-210. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2014.06.004 (cf. p. 133, 135).
- [Tes+17] T. TESHIMA, M. KOSAKA, K. USHIODA, N. KOGA et N. NAKADA. « Local Cementite Cracking Induced by Heterogeneous Plastic Deformation in Lamellar Pearlite ». In : *Materials Science and Engineering : A* 679 (jan. 2017), p. 223-229. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2016.10.018 (cf. p. 95-97, 107, 115).

- [The04] G. THEWLIS. « Classification and Quantification of Microstructures in Steels ». In : *Materials Science and Technology* 20.2 (fév. 2004), p. 143-160. ISSN : 0267-0836. DOI : 10.1179/026708304225010325 (cf. p. 178).
- [TN70] T. TAKAHASHI et M. NAGUMO. « Flow Stress and Work-Hardening of Pearlitic Steel ». In : *Transactions of the Japan Institute of Metals* 11.2 (1970), p. 113-119. DOI : 10.2320/matertrans1960.11.113 (cf. p. 104, 123).
- [TNA78] T. TAKAHASHI, M. NAGUMO et Y. ASANO. « Microstructures dominating the ductility of eutectoid pearlitic steels ». In : *Journal of the Japan Institute of Metals* 42(7) (1978), p. 8 (cf. p. 184).
- [Tom+03] Y TOMOTA, P LUKAS, S HARJO, J-H PARK, N TSUCHIDA et D NĚOV. « In Situ Neutron Diffraction Study of IF and Ultra Low Carbon Steels upon Tensile Deformation ». In : *Acta Materialia* 51.3 (fév. 2003), p. 819-830. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/S1359-6454(02)00473-1 (cf. p. 64, 65, 79).
- [Tor04] J. TORIBIO. « Relationship between Microstructure and Strength in Eutectoid Steels ». In : *Materials Science and Engineering : A. 13th International Conference on the Strength of Materials* 387-389 (déc. 2004), p. 227-230. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2004.01.084 (cf. p. 95, 97).
- [Tor+14] J. TORIBIO, B. GONZÁLEZ, J. C. MATOS et F. J. AYASO. « Role of the Microstructure on the Mechanical Properties of Fully Pearlitic Eutectoid Steels ». In : *Frattura ed Integrità Strutturale* 8.30 (sept. 2014), p. 424-430. ISSN : 1971-8993. DOI : 10.3221/IGF-ESIS.30.51 (cf. p. 95, 97, 98, 115, 181, 183, 184).
- [TPR07] T. TAKAHASHI, D. PONGE et D. RAABE. « Investigation of Orientation Gradients in Pearlite in Hypoeutectoid Steel by Use of Orientation Imaging Microscopy ». In : *steel research international* 78.1 (2007), p. 38-44. ISSN : 1869-344X. DOI : 10.1002/srin.200705857 (cf. p. 184).
- [Tsc+09] M. A. TSCHOPP, B. B. BARTHA, W. J. PORTER, P. T. MURRAY et S. B. FAIRCHILD. « Microstructure-Dependent Local Strain Behavior in Polycrystals through In-Situ Scanning Electron Microscope Tensile Experiments ». In : *Metallurgical and Materials Transactions A* 40.10 (oct. 2009), p. 2363-2368. ISSN : 1543-1940. DOI : 10.1007/s11661-009-9938-6 (cf. p. 81).
- [Uly+13] P. G. ULYANOV, D. YU. USACHOV, A. V. FEDOROV, A. S. BONDARENKO, B. V. SENKOVSKIY, O. F. VYVENKO, S. V. PUSHKO, K. S. BALIZH, A. A. MALTCEV, K. I. BORYGINA, A. M. DOBROTVORSKII et V. K. ADAMCHUK. « Microscopy of Carbon Steels : Combined AFM and EBSD Study ». In : *Applied Surface Science. 11th International Conference on Atomically Controlled Surfaces, Interfaces and Nanostructures* 267 (fév. 2013), p. 216-218. ISSN : 0169-4332. DOI : 10.1016/j.apsusc.2012.10.172 (cf. p. 58, 137).
- [VDK16] S. J. VACHHANI, R. D. DOHERTY et S. R. KALIDINDI. « Studies of Grain Boundary Regions in Deformed Polycrystalline Aluminum Using Spherical Nanoindentation ». In : *International Journal of Plasticity* 81 (juin 2016), p. 87-101. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2016.01.001 (cf. p. 82).
- [VH22] T. VERMEIJ et J. HOEFNAGELS. « Plasticity, Localization, and Damage in Ferritic-Pearlitic Steel Studied by Nanoscale Digital Image Correlation ». In : *Scripta Materialia* 208 (2022). DOI : 10.1016/j.scriptamat.2021.114327 (cf. p. 2, 118, 127, 135, 156).

- [VV84] G. F. VANDER VOORT. « Grain Size Measurement ». In : *Practical Applications of Quantitative Metallography*. ASTM International STP 839. Steele and McCall, 1984, p. 85-131 (cf. p. 7).
- [Wag21a] T. WAGNER. *Le Match CO2 : Train vs Avion*. 2021 (cf. p. 1).
- [Wag21b] T. WAGNER. *Train vs Avion : Match Retour!* 2021 (cf. p. 1).
- [Wal+06] A. WALENTEK, M. SEEFELDT, B. VERLINDEN, E. AERNOUDT et P. VAN HOUTTE. « Electron Backscatter Diffraction on Pearlite Structures in Steel ». In : *Journal of Microscopy* 224.3 (2006), p. 256-263. ISSN : 1365-2818. DOI : 10.1111/j.1365-2818.2006.01702.x (cf. p. 23, 101, 116, 180-182).
- [Wal+08] A. WALENTEK, M. SEEFELDT, B. VERLINDEN, E. AERNOUDT et P. VAN HOUTTE. « Investigation of Pearlite Structure by Means of Electron Backscatter Diffraction and Image Analysis of SEM Micrographs with an Application of the Hough Transform ». In : *Materials Science and Engineering : A*. 14th International Conference on the Strength of Materials 483-484 (juin 2008), p. 716-718. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2006.12.171 (cf. p. 8).
- [Wan+12a] H. WANG, H. XIE, Y. LI et J. ZHU. « Fabrication of Micro-Scale Speckle Pattern and Its Applications for Deformation Measurement ». In : *Measurement Science and Technology* 23.3 (jan. 2012), p. 035402. ISSN : 0957-0233. DOI : 10.1088/0957-0233/23/3/035402 (cf. p. 41).
- [Wan+12b] Y. WANG, P. LAVA, S. COPPIETERS, M. DE STRYCKER, P. VAN HOUTTE et D. DEBRUYNE. « Investigation of the Uncertainty of DIC Under Heterogeneous Strain States with Numerical Tests ». In : *Strain* 48.6 (2012), p. 453-462. ISSN : 1475-1305. DOI : 10.1111/j.1475-1305.2012.00840.x (cf. p. 38).
- [Wan+17] Y. WANG, T. OHNUKI, Y. TOMOTA, S. HARJO et T. OHMURA. « Multi-Scaled Heterogeneous Deformation Behavior of Pearlite Steel Studied by in Situ Neutron Diffraction ». In : *Scripta Materialia* 140 (nov. 2017), p. 45-49. ISSN : 1359-6462. DOI : 10.1016/j.scriptamat.2017.07.004 (cf. p. 95, 96, 98, 99, 115).
- [Wat+12] I. WATANABE, D. SETOYAMA, N. NAGASAKO, N. IWATA et K. NAKANISHI. « Multiscale Prediction of Mechanical Behavior of Ferrite-Pearlite Steel with Numerical Material Testing ». In : *International Journal for Numerical Methods in Engineering* 89.7 (2012), p. 829-845. ISSN : 1097-0207. DOI : 10.1002/nme.3264 (cf. p. 116, 135).
- [WB21] A. WEIDNER et H. BIERMANN. « Review on Strain Localization Phenomena Studied by High-Resolution Digital Image Correlation ». In : *Advanced Engineering Materials* 23.4 (2021), p. 2001409. ISSN : 1527-2648. DOI : 10.1002/adem.202001409 (cf. p. 2, 35).
- [WBB13] C. R. WEINBERGER, B. L. BOYCE et C. C. BATTAILE. « Slip Planes in Bcc Transition Metals ». In : *International Materials Reviews* 58.5 (juin 2013), p. 296-314. ISSN : 0950-6608. DOI : 10.1179/1743280412Y.0000000015 (cf. p. 64).
- [WD10] S. L. WONG et P. R. DAWSON. « Influence of Directional Strength-to-Stiffness on the Elastic-Plastic Transition of Fcc Polycrystals under Uniaxial Tensile Loading ». In : *Acta Materialia* 58.5 (mar. 2010), p. 1658-1678. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2009.11.009 (cf. p. 81).
- [WE04] F. WALTHER et D. EIFLER. « Local Cyclic Deformation Behavior and Microstructure of Railway Wheel Materials ». In : *Materials Science and Engineering : A*. 13th International Conference on the Strength of Materials 387-389 (déc. 2004), p. 481-485. ISSN : 0921-5093. DOI : 10.1016/j.msea.2004.05.034 (cf. p. 13).

- [Win+17] G. WINTHER, J. P. WRIGHT, S. SCHMIDT et J. ODDERSHEDE. « Grain Interaction Mechanisms Leading to Intragranular Orientation Spread in Tensile Deformed Bulk Grains of Interstitial-Free Steel ». In : *International Journal of Plasticity* 88 (jan. 2017), p. 108-125. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2016.10.004 (cf. p. 64-66, 77, 82).
- [Win+21] B. WINIARSKI, A. GHOLINIA, K. MINGARD, M. GEE, G. THOMPSON et P. J. WITHERS. « Correction of Artefacts Associated with Large Area EBSD ». In : *Ultramicroscopy* 226 (juil. 2021), p. 113315. ISSN : 0304-3991. DOI : 10.1016/j.ultramicro.2021.113315 (cf. p. 60).
- [Wit+15] L. WITTEVRONGEL, M. BADALONI, R. BALCAEN, P. LAVA et D. DEBRUYNE. « Evaluation of Methodologies for Compensation of Out of Plane Motions in a 2D Digital Image Correlation Setup ». In : *Strain* 51.5 (2015), p. 357-369. ISSN : 1475-1305. DOI : 10.1111/str.12146 (cf. p. 38, 39).
- [WSN16] S. I. WRIGHT, S. SUZUKI et M. M. NOWELL. « In Situ EBSD Observations of the Evolution in Crystallographic Orientation with Deformation ». In : *JOM* 68.11 (nov. 2016), p. 2730-2736. ISSN : 1543-1851. DOI : 10.1007/s11837-016-2084-x (cf. p. 65, 77).
- [Yah13] H. YAHIAOUI. « Effet de l'espace interlamellaire sur le comportement sous chargements monotone et cyclique de l'acier perlitique C70. » Mécanique. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, juil. 2013 (cf. p. 95-98, 107, 184).
- [YKW21] Y. YAJIMA, N. KOGA et C. WATANABE. « Influential Factors on the Deformability of Colonies in Pearlitic Steel ». In : *Materials Characterization* 177 (juil. 2021), p. 111197. ISSN : 1044-5803. DOI : 10.1016/j.matchar.2021.111197 (cf. p. 95, 97, 99, 115).
- [YTR15] D. YAN, C. C. TASAN et D. RAABE. « High Resolution in Situ Mapping of Microstrain and Microstructure Evolution Reveals Damage Resistance Criteria in Dual Phase Steels ». In : *Acta Materialia* 96 (sept. 2015), p. 399-409. ISSN : 1359-6454. DOI : 10.1016/j.actamat.2015.05.038 (cf. p. 135).
- [Zar05] J. H. ZAR. « Spearman Rank Correlation ». In : *Encyclopedia of Biostatistics*. American Cancer Society, 2005. ISBN : 978-0-470-01181-2. DOI : 10.1002/0470011815.b2a15150 (cf. p. 79, 195).
- [Zeg+07a] A. ZEGHADI, S. FOREST, A.-F. GOURGUES et O. BOUAZIZ. « Ensemble Averaging Stress-Strain Fields in Polycrystalline Aggregates with a Constrained Surface Microstructure – Part 2 : Crystal Plasticity ». In : *Philosophical Magazine* 87.8-9 (mar. 2007), p. 1425-1446. ISSN : 1478-6435. DOI : 10.1080/14786430601009517 (cf. p. 82).
- [Zeg+07b] A. ZEGHADI, F. N'GUYEN, S. FOREST, A.-F. GOURGUES et O. BOUAZIZ. « Ensemble Averaging Stress-Strain Fields in Polycrystalline Aggregates with a Constrained Surface Microstructure – Part 1 : Anisotropic Elastic Behaviour ». In : *Philosophical Magazine* 87.8-9 (mar. 2007), p. 1401-1424. ISSN : 1478-6435. DOI : 10.1080/14786430601009509 (cf. p. 82).
- [Zen+16] D. ZENG, L. LU, Y. GONG, N. ZHANG et Y. GONG. « Optimization of Strength and Toughness of Railway Wheel Steel by Alloy Design ». In : *Materials & Design* 92 (fév. 2016), p. 998-1006. ISSN : 0264-1275. DOI : 10.1016/j.matdes.2015.12.096 (cf. p. 16).

- [Zer+13] U. ZERBST, S. BERETTA, G. KÖHLER, A. LAWTON, M. VORMWALD, H. T. BEIER, C. KLINGER, I. ČERNÝ, J. RUDLIN, T. HECKEL et D. KLINGBEIL. « Safe Life and Damage Tolerance Aspects of Railway Axles – A Review ». In : *Engineering Fracture Mechanics* 98 (jan. 2013), p. 214-271. ISSN : 0013-7944. DOI : 10.1016/j.engfracmech.2012.09.029 (cf. p. 5).
- [Zha+18a] H. ZHANG, J. LIU, D. SUI, Z. CUI et M. W. FU. « Study of Microstructural Grain and Geometric Size Effects on Plastic Heterogeneities at Grain-Level by Using Crystal Plasticity Modeling with High-Fidelity Representative Microstructures ». In : *International Journal of Plasticity* 100 (jan. 2018), p. 69-89. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2017.09.011 (cf. p. 76).
- [Zha+18b] Z. ZHANG, D. LUNT, H. ABDOLVAND, A. J. WILKINSON, M. PREUSS et F. P. E. DUNNE. « Quantitative Investigation of Micro Slip and Localization in Polycrystalline Materials under Uniaxial Tension ». In : *International Journal of Plasticity* 108 (sept. 2018), p. 88-106. ISSN : 0749-6419. DOI : 10.1016/j.ijplas.2018.04.014 (cf. p. 81, 156).
- [Zha+18c] Y. ZHAO, Y. TAN, X. JI, Z. XIANG, Y. HE et S. XIANG. « In Situ Study of Cementite Deformation and Its Fracture Mechanism in Pearlitic Steels ». In : *Materials Science and Engineering : A* 731 (juil. 2018), p. 93-101. ISSN : 09215093. DOI : 10.1016/j.msea.2018.05.114 (cf. p. 95, 96, 98).
- [Zho+16] S. ZHOU, Y. ZUO, Z. LI, X. WANG et Q. YONG. « Microstructural Analysis on Cleavage Fracture in Pearlitic Steels ». In : *Materials Characterization* 119 (sept. 2016), p. 110-113. ISSN : 1044-5803. DOI : 10.1016/j.matchar.2016.07.023 (cf. p. 181, 182, 184).
- [ZLZ11] C. ZHANG, Y. LIU et L. ZHOU. « Transformation Conditions - Microstructures - Mechanical Properties Relationship in 0.60%C Hypoeutectoid Steel ». In : *steel research international* 82.10 (2011), p. 1207-1212. ISSN : 1869-344X. DOI : 10.1002/srin.201100075 (cf. p. 181, 182).
- [ZZ19] W. ZHAO et Y. ZHANG. « Prediction of Transition Temperature of Alloy Steel Austenite Based on Self-Organizing Neural Network ». In : *IOP Conference Series : Materials Science and Engineering* 563.2 (juil. 2019), p. 022042. ISSN : 1757-899X. DOI : 10.1088/1757-899X/563/2/022042 (cf. p. 26).

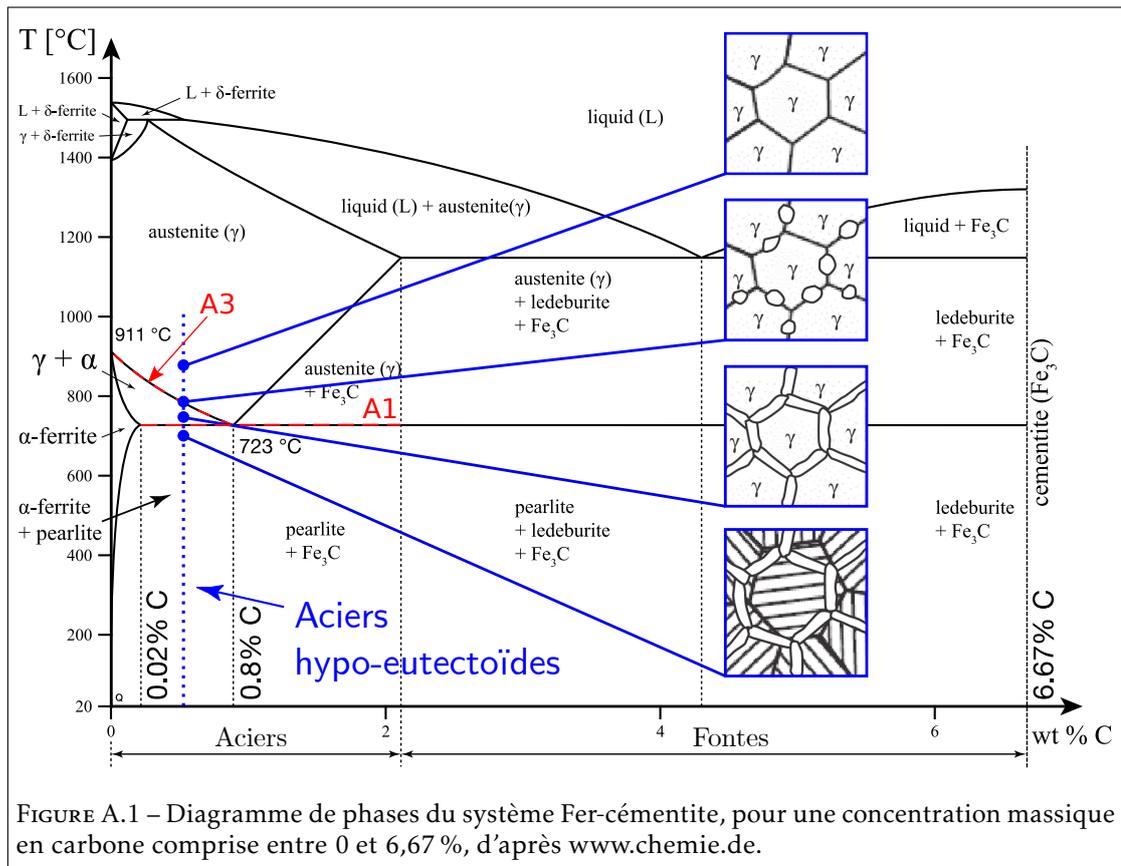
Rappels sur les microstructures ferrito-perlitiques

L'ouvrage de Bhadeshia constitue une excellente référence générale à l'ensemble de cette annexe [BH06].

Le diagramme de phases du système binaire Fer-cémentite est présenté sur la figure A.1. Dans le cas d'aciers « hypo-eutectoïdes », i.e. de teneur en carbone inférieure à 0,8 %, tels que ceux utilisés pour l'élaboration des organes ferroviaires, le refroidissement en conditions d'équilibre de la phase austénitique γ résulte en une microstructure ferrito-perlitique. Les deux constituants sont la ferrite pro-eutectoïde et la perlite (eutectoïde). La ferrite pro-eutectoïde est un constituant monophasé : elle est formée de ferrite α de structure cc. Cette dernière est très pauvre en carbone car dotée de sites interstitiels de petite taille. La perlite (eutectoïde) est un constituant biphasé résultant de la transformation eutectoïde de l'austénite γ à la température eutectoïde A1 proche de 723°C : elle est formée de ferrite eutectoïde et de cémentite eutectoïde Fe_3C de structure cristalline orthorhombique.

On distingue ainsi la ferrite eutectoïde qui se forme à température constante A1 de la ferrite pro-eutectoïde qui se forme au refroidissement entre la température A3 (fonction de la teneur en carbone) et la température A1. En effet, pendant le refroidissement, la température descend sous la valeur A3. À la température A3 de l'acier, des germes de phase α vont se former aux sites de germination que sont les joints de grains de la phase mère γ . Il s'agit de cristaux de ferrite pro-eutectoïde dont la taille va croître pendant le reste de la transformation, entre la température A3 et la température A1. Le carbone en excès est alors rejeté en solution dans les grains austénitiques dont la solubilité maximale en carbone est plus élevée. À mesure que la température diminue, la concentration en carbone augmente dans la phase γ . À la température A1, l'austénite, de composition eutectoïde, se transforme en ferrite eutectoïde et en cémentite eutectoïde.

À noter que la lecture du diagramme de phases implique que la fraction du constituant perlitique (eutectoïde) formée par refroidissement en conditions d'équilibre augmente lorsque la teneur en carbone d'un acier hypo-eutectoïde augmente.



Le constituant ferritique (pro-eutectoïde)

En apparence dépourvus de complexité, les cristaux de ferrite pro-eutectoïde peuvent prendre une grande diversité de forme, d'orientation et de taille en fonction des conditions de germination et de croissance. Les travaux pionniers de Dubé, Aaronson et Mehl ont notamment différencié pas moins de cinq morphologies de ferrite pro-eutectoïde [DAM58] et les reconstructions 3D modernes de microstructures ont permis d'affiner davantage cette quantification [KS05]. Dans ce travail, la classification de l'Institut International de la Soudure, qui propose deux terminologies d'ensemble, est jugée suffisante et adoptée [The04]. En détails, cette dernière distingue la ferrite polygonale, résultante d'une transformation (relativement) lente contrôlée par la diffusion du carbone, de la ferrite de Widmanstätten, résultante d'une transformation rapide (suivant des plans bien définis du cristal d'austénite parent) où la matière est partiellement déformée par cisaillement, qui regroupe l'ensemble des structures en lattes ou aiguilles. Parmi la ferrite polygonale, il convient de plus de distinguer la ferrite allotriomorphe, i.e. dont la morphologie ne rappelle pas le système cristallin cubique, qui croît le long des joints d'austénite et présente une forme finale allongée de part et d'autre des anciens joints de grains, de la ferrite idiomorphe, i.e. équi-axe, qui germe à l'intérieur des grains d'austénite. La figure A.2 illustre cette classification. Dans tous les cas, la taille moyenne des cristaux de ferrite pro-eutectoïde reste un paramètre évident utilisé en premier abord dans ce travail.

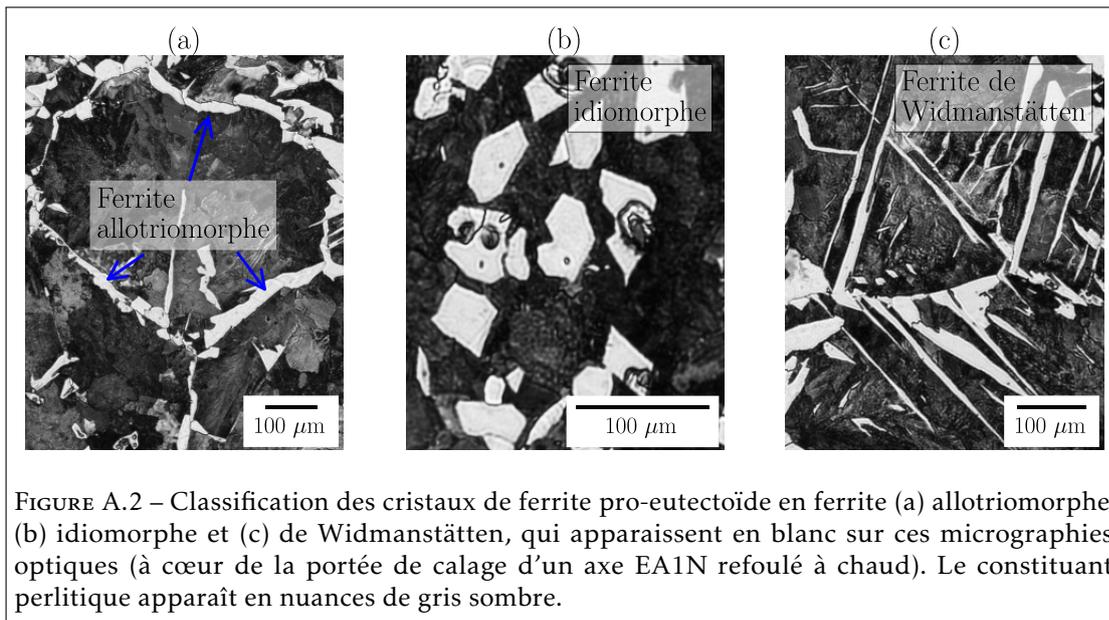


FIGURE A.2 – Classification des cristaux de ferrite pro-eutectoïde en ferrite (a) allotriomorphe, (b) idiomorphe et (c) de Widmanstätten, qui apparaissent en blanc sur ces micrographies optiques (à cœur de la portée de calage d'un axe EA1N refoulé à chaud). Le constituant perlitique apparaît en nuances de gris sombre.

Le constituant perlitique (eutectoïde)

La perlite est un constituant eutectoïde plus complexe que la ferrite pro-eutectoïde, de par sa microstructure biphasée, mais également à cause de son caractère multi-échelle. En effet, à l'échelle sub-micrométrique, le produit de la réaction eutectoïde est une alternance de ferrite et de cémentite : la formation de ferrite entraîne un rejet de carbone aux alentours (par diffusion) qui permet la formation de cémentite, et inversement. Cette alternance prend généralement la forme de lamelles : on parle de perlite lamellaire^{1 2}. Ces lamelles croissent depuis les joints de grains austénitiques vers l'intérieur des grains et forment une colonie. À l'intérieur d'une colonie l'orientation géométrique des lamelles est similaire. La croissance simultanée de plusieurs colonies forment un nodule, où l'orientation cristallographique de la matrice ferritique³ formée est également proche⁴. Une description plus détaillée de la formation de la perlite est donnée dans [How98 ; ASM08]. Un exemple de microstructure perlitique est visualisable sur la figure A.3. Il apparaît que si les frontières des nodules forment un réseau constitué de boucles fermées, similairement à des grains, ce n'est pas le cas des colonies dont les frontières sont pour la plupart interrompues. Ainsi, Guo et Liu suggèrent que la définition des colonies devrait être revisitée [GL12]. De plus, la littérature ne permet pas de conclure sur une influence indiscutable de la taille des colonies perlitiques sur le comportement mécanique. En conséquence, le concept de nodule est préféré dans un premier temps.

1. Une perlite globulaire peut être obtenue lorsque la diffusion est assez importante pour sphéroïdiser la cémentite, permettant ainsi la minimisation de l'énergie. De manière générale, la structure lamellaire obtenue peut être imparfaite en fonction de la teneur en carbone [BLN02] et des conditions de transformation [Ada+08].

2. L'aspect des lamelles de cémentite, vu en coupe bidimensionnelle, dépend de l'angle entre l'orientation géométrique des lamelles et le plan de polissage.

3. L'application de la règle des leviers renseigne que la perlite obtenue en conditions d'équilibre est constituée à 88 % de ferrite. En conséquence le terme de matrice ferritique est souvent employé.

4. Similairement à des grains, les nodules perlitiques forment un réseau de joints avec une désorientation cristallographique relative supérieure à un certain seuil (par exemple 12°). Pour une définition de la désorientation cristallographique, voir annexe C.

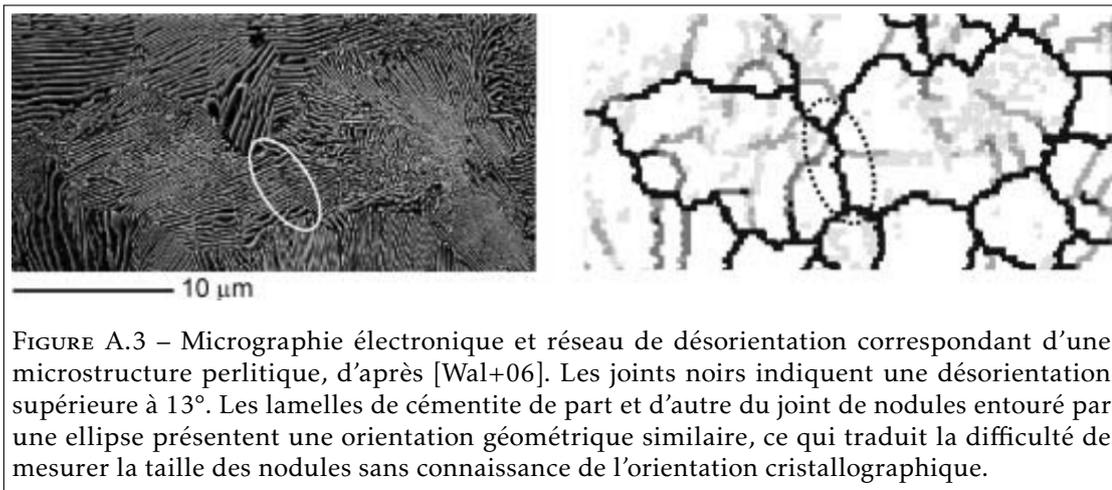


FIGURE A.3 – Micrographie électronique et réseau de désorientation correspondant d'une microstructure perlitique, d'après [Wal+06]. Les joints noirs indiquent une désorientation supérieure à 13° . Les lamelles de cémentite de part et d'autre du joint de nodules entouré par une ellipse présentent une orientation géométrique similaire, ce qui traduit la difficulté de mesurer la taille des nodules sans connaissance de l'orientation cristallographique.

Ainsi, les deux paramètres microstructuraux utilisés dans ce travail pour décrire la perlite lamellaire sont la distance interlamellaire moyenne, i.e. distance entre deux lamelles de cémentite (grandeur submicrométrique), et la taille moyenne des nodules (diamètre égal usuellement à quelques dizaines de micromètres).

Relations entre paramètres procédé et microstructure

Les conditions d'équilibre requises dans le cadre du diagramme de phases Fer-cémentite ne sont en pratique jamais respectées. La microstructure obtenue va alors dépendre du traitement d'austénitisation (température et temps de maintien) et des conditions de transformation, en particulier la vitesse de refroidissement si la transformation est continue ou la température et le temps de maintien de la transformation si elle est isotherme. Le tableau A.1 synthétise les relations paramètres procédé - microstructure observées dans les aciers hypo-eutectoïdes.

Lorsque la température et/ou le temps de maintien d'austénitisation augmentent, la diffusion du carbone est favorisée donc la taille des cristaux d'austénite de la microstructure « mère » augmente. En conséquence, la microstructure « fille » sera également plus grossière avec des cristaux de ferrite pro-eutectoïde plus grands [BH94], ainsi que des nodules perlitiques plus grands (preuves recensées dans le tableau A.2 qui traite plus spécifiquement du constituant perlitique). De plus, une augmentation de la taille des grains austénitiques, qui équivaut à une diminution de la proportion relative de joints, a également tendance à entraîner une diminution de la fraction volumique de ferrite pro-eutectoïde [Ara+14], puisque cette dernière se forme le long des grains parents. Enfin, la formation de structures de Widmanstätten est favorisée lorsque les grains austénitiques parents sont gros [BH06; BH94]. Une explication est que, dans ce cas, la ferrite allotriomorphe croît le long des joints parents, ce qui laisse plus de place à l'intérieur des grains parents où la ferrite de Widmanstätten croît.

Toutefois, il est acquis que à la fois la proportion des constituants et la formation des structures de Widmanstätten dépendent au premier ordre des conditions de transformation. En particulier, la fraction volumique de perlite et la tendance de la ferrite pro-eutectoïde à former des structures de Widmanstätten augmentent lorsque la vitesse de refroidissement augmente / la température de transformation diminue [BH06; BH94]. De plus, c'est également les conditions de transformation qui dictent au premier ordre l'espacement interlamellaire perlitique (preuves recensées dans le tableau A.2 qui traite plus spécifiquement du constituant perlitique). En effet,

lorsque la vitesse de refroidissement diminue / la température de transformation augmente, la diffusion du carbone dans le réseau est facilitée. Cela permet d'une part la croissance des cristaux de ferrite pro-eutectoïde (polygonale), et en conséquence l'augmentation de la fraction volumique de ferrite pro-eutectoïde mentionnée précédemment, et d'autre part l'épaississement de la structure lamellaire de la perlite. Pour les mêmes raisons, la taille de nodules perlitiques semble également augmenter lorsque la vitesse de refroidissement diminue / la température de transformation augmente (preuves recensées dans le tableau A.2 qui traite plus spécifiquement du constituant perlitique).

	Température d'austénitisation	Vitesse de refroidissement	Température de transformation
Taille des cristaux de ferrite pro-eutectoïde	↗	↘	↗
Présence de structures de Widmanstätten	↗	↗	↘
Taille des nodules perlitiques	↗	↘	↗
Distance interlamellaire perlitique	Incertain	↘	↗
Fraction volumique de perlite	↗	↗	↘

TABLEAU A.1 – Synthèse des relations entre paramètres procédé et microstructure ferrito-perlitique. ↗ (respectivement ↘) signifie une corrélation positive (négative).

Cas spécifique du constituant perlitique : données issues de la littérature

Il existe dans la littérature de nombreux travaux quantitatifs portant sur les relations entre paramètres de traitement thermique et microstructure perlitique, pour des nuances d'acier de composition plus ou moins proche de la composition eutectoïde. Les résultats sont recensés dans le tableau A.2. Conformément aux généralités énoncées dans le paragraphe précédent, les deux résultats évidents sont retrouvés, à savoir : i) lorsque la température d'austénitisation augmente, la taille des anciens grains austénitiques augmente et s'accompagne d'une augmentation de la taille des nodules perlitiques (références [ZLZ11 ; Zho+16 ; KB86a]) et ii) lorsque la température de transformation augmente (ou la vitesse de refroidissement diminue), la taille de l'espacement interlamellaire augmente (références [DBT88 ; HB76 ; Izo+07 ; LT86 ; Tor+14 ; Wal+06 ; ZLZ11 ; KB86a]).

De manière plus intéressante, les résultats de [ZLZ11], [KB86a] et [Wal+06] semblent montrer une augmentation de la taille des nodules avec la température de transformation. L'explication donnée est que, similairement aux cristaux de ferrite pro-eutectoïde, la croissance des nodules perlitiques est favorisée à haute température, au détriment de la germination.

Enfin, il ne semble pas y avoir de relation entre température d'austénitisation et distance interlamellaire (références [HB76 ; LT86 ; ZLZ11 ; KB86a]) même si les résultats de [Mod+01] pourraient laisser prétendre le contraire : dans cette étude, les éprouvettes sont refroidies dans le four depuis la température d'austénitisation ; ainsi l'augmentation de la température d'austénitisation s'accompagne probablement de l'augmentation de la température de début de transformation de l'austénite.

Nuance	Austénitisation	Transformation	Taille des anciens grains austénitiques (μm)	Taille des nodules (μm)	Distance interlamellaire (nm)	Ref.	
0,55 %C - 0,78 %Mn - 0,89 %Si	860°C 60 min	Refroidissement air	20	12		[Zho+16]	
	950°C 60 min		37	20			
	1050°C 60 min		92	47			
	1150°C 60 min		165	61			
	1250°C 60 min		400	89			
0,60 %C - 0,75 %Mn - 1,69 %Si	950°C 30 min	570°C	60	18	140	[ZLZ11]	
		600°C		22	190		
		630°C		31	280		
		660°C		54	510		
	850°C 30 min	600°C	25	16	185		
	1050°C 30 min		115	48	195		
0,62 %C - 0,73 %Mn	780°C 60 min	550°C 15 min			125	[Izo+07]	
		Refroidissement four			600		
0,65 %C - 0,87 %Mn - 2 %Si	800°C 60 min	Refroidissement four			542	[Mod+01]	
	850°C 60 min				627		
	900°C 60 min				712		
	950°C 60 min				735		
	1000°C 60 min				785		
0,75 %C - 1,12 %Mn	900°C 60 min	510°C	48	45	160	[KB86a]	
	1000°C 60 min		84	80	180		
	1200°C 60 min		350	135	150		
	1200°C 120 min		400	160	160		
	900°C 60 min	510°C	45		40		100
		580°C		40	190		
		650°C		56	260		
		Refroidissement four		80	330		
0,76 %C - 0,9 %Mn	850°C 40 min	550°C 20 s		12	85	[Wal+06]	
		600°C 30 s		15	98		

		650°C 1 min	22	155	
		680°C 30 min	31	326	
0,79 %C - 0,68 %Mn	900°C 60 min	Refroidissement air calme		160	[Tor+14]
		Refroidissement four (ouvert)		230	
		Refroidissement four		260	
0,8 %C - 0,84 %Mn	800°C 60 min	550°C 10 min		130	[DBT88]
		625°C 15 min	30	160	
		675°C 30 min		240	
		690°C 60 min		320	
		700°C 300 min		530	
0,81 %C - 0,85 %Mn	800°C 60 min	550°C 45 min	30	125	[LT86]
		675°C 45 min		290	
	1000°C 180 min	550°C 45 min	170	110	
		675°C 45 min		250	
0,81 %C - 0,87 %Mn	800°C 60 min	565°C	25	138	[HB76]
		585°C		152	
		625°C		175	
		675°C		270	
	870°C 60 min	550°C	35	121	
		565°C		140	
		585°C		141	
		625°C		164	
	1000°C 60 min	550°C	40	119	
				138	
	1200°C 60 min	585°C	147	136	
	1200°C 60 min		167	116	

TABLEAU A.2 – Recensement des études reliant paramètres de traitements thermiques et micro-structure du constituant perlitique, classées par teneur croissante en carbone.

Relations entre microstructure et comportement mécanique monotone

Le paramètre microstructural principal de la ferrite pro-eutectoïde est la taille moyenne de ses grains. Il est bien connu que la limite élastique d'un acier ferritique suit une loi de type Hall-Petch, i.e. est proportionnelle à $d^{-1/2}$ où d est la taille moyenne de grains [BH06]. L'augmentation de la résistance du matériau avec l'affinement de la microstructure s'explique par l'augmentation du nombre de joints de grains et donc d'obstacles aux dislocations, responsables de la déformation. En second ordre, concernant l'influence de la morphologie de la ferrite, il est rapporté que les structures de Widmanstätten offrent une résistance accrue de par leur plus large éventail d'orientations cristallographiques [BH94]. Enfin, la résistance de la ferrite dépend également de sa teneur en carbone (et autres éléments interstitiels et en substitution qui contraignent le réseau cristallin) et de la densité de dislocations [ASM08].

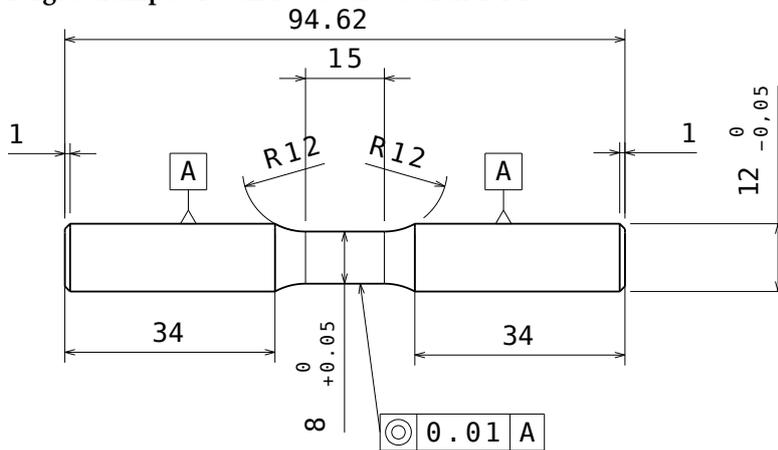
La résistance du constituant perlitique est affectée en premier ordre par l'espacement interlamellaire moyen. En effet, il a été observé à de nombreuses reprises que la limite élastique et la contrainte à rupture augmentent lorsque ce dernier diminue [HB76; MB76; DBT88; Izo+07; Yah13]. Ce résultat s'explique par le fait que les lamelles de cémentite font obstacle au libre parcours des dislocations de manière analogue au rôle des joints de grains dans une microstructure ferritique. Toutefois l'existence d'une loi de type Hall-Petch pour l'espacement interlamellaire ne fait pas l'unanimité et certaines des études précédentes prônent une relation modifiée. Cela suggère que d'autres facteurs contribuent à la résistance du constituant perlitique, tels que les contraintes élastiques résiduelles entre la ferrite eutectoïde et la cémentite eutectoïde, issues de la transformation [Kog+12; Nak+15], ou à nouveau la densité de dislocations [TPR07]. À l'inverse, la taille moyenne des nodules perlitiques n'influe pas de manière évidente sur la résistance. En revanche, plusieurs études mentionnent une augmentation de la ductilité avec une diminution de la taille de nodules [LT86; KB86a; Tor+14], ainsi qu'une augmentation de la résilience [HB76; PB79], notamment à travers une correspondance entre la taille des nodules et celle des aspects de clivage [TNA78; Zho+16].

Enfin, il est question de la microstructure bi-constituant ferrito-perlitique. Les premiers travaux de Karlsson et Lindén [KL75] et Inoue et Kinoshita [IK77] soulignent l'importance de la fraction volumique de chaque constituant dans le comportement mécanique du matériau ferrito-perlitique. En particulier la contrainte à rupture augmente avec la proportion de perlite, au détriment de l'élongation à rupture qui diminue. Ce résultat est intuitif dans la mesure où le constituant perlitique apparaît comme une inclusion plus dure au sein de la matrice ferritique ductile. De plus, la résistance du constituant ferritique pro-eutectoïde au sein d'une microstructure ferrito-perlitique semble dépendre des contraintes exercées par la perlite environnante (et inversement) comme le montrent des mesures de micro-dureté [RM91]. Ce résultat suggère l'importance des interactions entre les deux constituants dans le comportement mécanique des aciers ferrito-perlitiques.

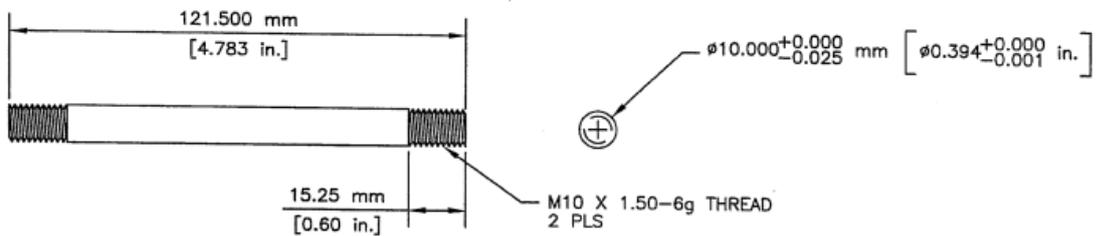
Annexe B

Dimensions des éprouvettes

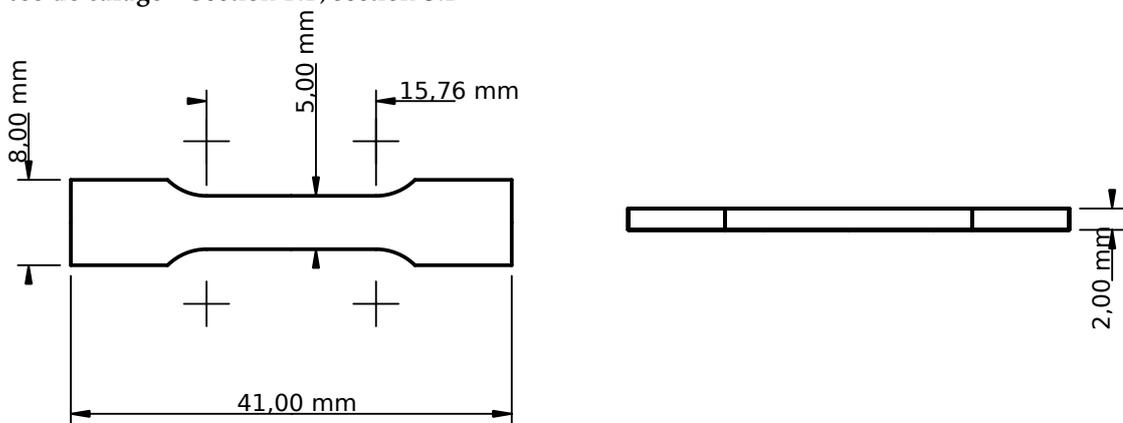
Éprouvettes de traction-compression cylindriques « macroscopiques » prélevées dans la roue forgée trempée revenue Sous-section 1.1.2



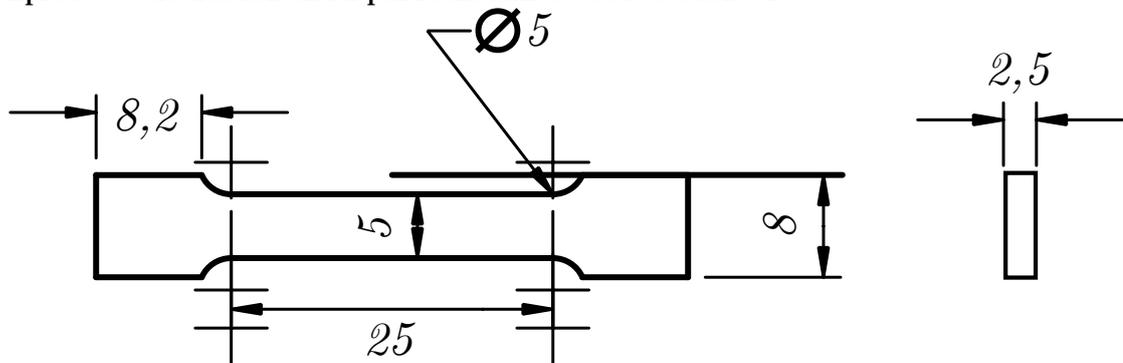
Barreaux cylindriques utilisés pour les cycles thermiques avec le simulateur Gleeble Section 1.2



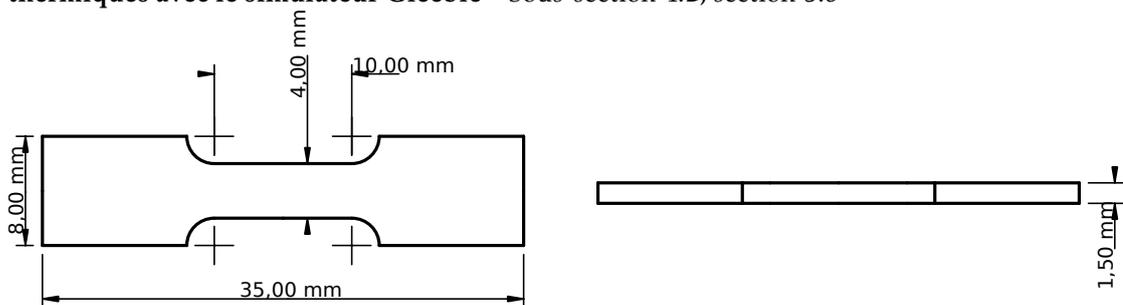
Éprouvettes de traction prélevées dans un axe obtenu par refoulement à chaud, sous la portée de calage Section 2.2, section 5.2



Éprouvette de traction en fer pur recristallisé Sous-section 3.2



Éprouvettes de traction usinées depuis les barreaux cylindriques utilisés pour les cycles thermiques avec le simulateur Gleeble Sous-section 4.2, section 5.3



Calculs de rotation, d'orientation et de désorientation en trois dimensions

Dans ce travail, les données de sortie des cartographies EBSD sont les angles d'Euler (ϕ_1 , Φ , ϕ_2) qui, selon la convention de Bunge¹, décrivent les rotations successives depuis le référentiel (global) de l'éprouvette vers le référentiel (local) du cristal. Mathématiquement, il est plus confortable de travailler avec la matrice de rotation R :

$$R = \begin{pmatrix} C_2C_1 - S_2CS_1 & C_2S_1 + S_2CC_1 & S_2S \\ -C_2CS_1 - S_2C_1 & C_2CC_1 - S_2S_1 & C_2S \\ S_2S_1 & -SC_1 & C \end{pmatrix}$$

où C et S sont les abréviations des fonctions cosinus et sinus, et les indices (X_1 , X , X_2) font référence aux angles d'Euler (ϕ_1 , Φ , ϕ_2), respectivement, en tant qu'arguments des fonctions trigonométriques. Ainsi, par exemple, S_2CS_1 signifie $\sin\phi_2 \times \cos\Phi \times \sin\phi_1$.

R est donc la matrice de rotation depuis le référentiel global vers le référentiel local et, inversement, $R^{-1} = R^T$ est la matrice de rotation depuis le référentiel local vers le référentiel global. L'avantage est qu'une matrice de rotation unique R_i est assignée au grain i .

Facteurs de Schmid et bandes de glissement

Sous l'hypothèse que la contrainte est uniaxiale, de vecteur unitaire σ , le facteur de Schmid du système de glissement α , caractérisé par les vecteurs unitaires normal au plan de glissement n_α et direction de glissement d_α , dans le grain i , est égal à $\mu_{i\alpha} = (n_\alpha \cdot R_i\sigma) \times (d_\alpha \cdot R_i\sigma)$. Il est compris entre 0 et 0.5 (orientation la plus favorable au glissement). En conséquence, le facteur de Schmid maximum du grain i dépend des systèmes de glissement considérés. Dans le cas de la ferrite de structure cc, trois combinaisons sont usuellement considérées : i) les 12 systèmes $\{110\}\langle 111 \rangle$ (figure C.1a), ii) les 12 systèmes $\{110\}\langle 111 \rangle$ + les 12 systèmes $\{112\}\langle 111 \rangle$ (figure C.1b) ou iii) les 12 systèmes $\{110\}\langle 111 \rangle$ + les 12 systèmes $\{112\}\langle 111 \rangle$ + les 24 systèmes $\{123\}\langle 111 \rangle$ (figure C.1c). Dans tous les cas, les grains les moins favorablement orientés au glissement sont ceux dont une direction de la famille $\langle 111 \rangle$ est parallèle à l'axe de sollicitation.

1. ϕ_1 est l'angle de rotation autour de l'axe \vec{z} , distribué entre 0 et 360°, Φ est l'angle de rotation autour de l'axe \vec{x} tourné, distribué entre 0 et 90°, et ϕ_2 est l'angle de rotation autour de l'axe \vec{z} tourné, distribué entre 0 et 90°.

L'angle Π entre les bandes de glissement en surface, provoquées par le système α , dans le grain i , et la direction de sollicitation, de vecteur unitaire σ , vérifie la relation $\cos \Pi = (n_\alpha \times R_i z) \cdot R_i \sigma$, où z est le vecteur unitaire normal à la surface [BVM05]. En pratique, $\sin \Pi$, qui est égal au déterminant de la matrice 2x2 formée par les composantes dans le plan de la surface des vecteurs $(n_\alpha \times R_i z)$ et $R_i \sigma$, est également calculé afin de pouvoir déterminer la valeur de Π entre -90° et 90° .

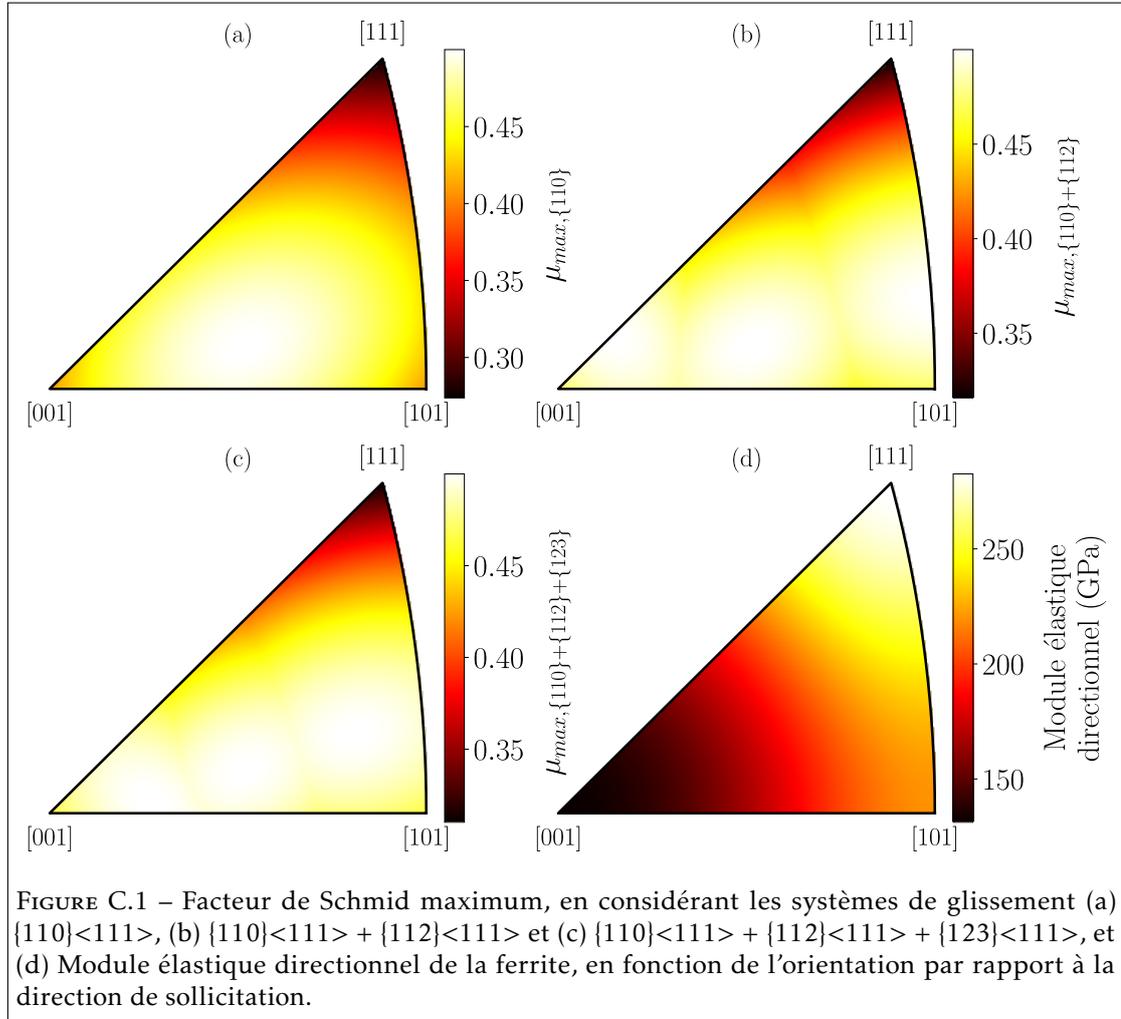


FIGURE C.1 – Facteur de Schmid maximum, en considérant les systèmes de glissement (a) $\{110\}\langle 111 \rangle$, (b) $\{110\}\langle 111 \rangle + \{112\}\langle 111 \rangle$ et (c) $\{110\}\langle 111 \rangle + \{112\}\langle 111 \rangle + \{123\}\langle 111 \rangle$, et (d) Module élastique directionnel de la ferrite, en fonction de l'orientation par rapport à la direction de sollicitation.

Module élastique directionnel (matériau cubique)

Étant donné S_{11}, S_{12}, S_{44} les coefficients de souplesse du fer, le module élastique directionnel du grain i est égal à $E_\sigma = \frac{1}{S_{11} - 2(S_{11} - S_{12} - \frac{1}{2}S_{44})(\alpha^2\beta^2 + \alpha^2\gamma^2 + \gamma^2\beta^2)}$ où α, β et γ sont les cosinus directeurs entre $R_i \sigma$ et le système de coordonnées du grain i [Cou05]. Dans ce travail, les coefficients de souplesse du fer ont été calculés tels que $S_{11} = \frac{C_{11} + C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})}$, $S_{12} = \frac{-C_{12}}{(C_{11} - C_{12})(C_{11} + 2C_{12})}$ et $S_{44} = \frac{1}{C_{44}}$ avec $C_{11} = 228$ GPa, $C_{12} = 132$ GPa et $C_{44} = 116,5$ GPa [LB65]. En conséquence, le module élastique directionnel des grains de ferrite est compris entre 131,2 GPa (direction $\langle 100 \rangle$)

parallèle à l'axe de sollicitation) et 282,6 GPa (direction $\langle 111 \rangle$ parallèle à l'axe de sollicitation), voir la figure C.1d.

Mésorientation et désorientation

La matrice de mésorientation depuis le grain i vers le grain j est égale à $R_{i/j} = R_i R_j^T$. Cette matrice exprime les rotations successives depuis le référentiel i vers le référentiel global, et depuis le référentiel global vers le référentiel j . De manière évidente, la matrice de mésorientation depuis le grain j vers le grain i est égale à $R_{j/i} = R_{i/j}^{-1}$. L'angle de *mésorientation* entre les grains i et j est égal à $\arccos\left(\frac{\text{tr}(R_{A/B})-1}{2}\right)$. Cependant, l'angle de mésorientation ne tient pas compte des symétries d'une structure cubique. Ainsi, la métrique pertinente est l'angle de *désorientation* $\theta_{i/j}$, i.e. le plus petit angle de mésorientation en tenant compte de toutes les symétries possibles d'une structure cubique :

$$\theta_{i/j} = \min_{k,l} \arccos\left(\frac{\text{tr}(O_k R_{i/j} O_l) - 1}{2}\right)$$

où tr est la fonction trace d'une matrice et $O_{k, 1 \leq k \leq 24}$ sont les 24 matrices de symétrie (en trois dimensions) d'une structure cubique. $\theta_{i/j}$, distribué entre 0 et $62,8^\circ$, caractérise la désorientation du joint de grain entre les grains i et j . La désorientation intergranulaire moyenne du grain i , présentée dans le paragraphe 3.2.4, est calculée en pondérant les désorientations des joints de grains, entre le grain i et les grains voisins, en fonction des longueurs (en pixels) des joints en surface. Dans un matériau polycristallin cubique non texturé, la distribution de la désorientation est tracée sur la figure C.2. Elle est appelée distribution de Mackenzie, d'après [MT57].

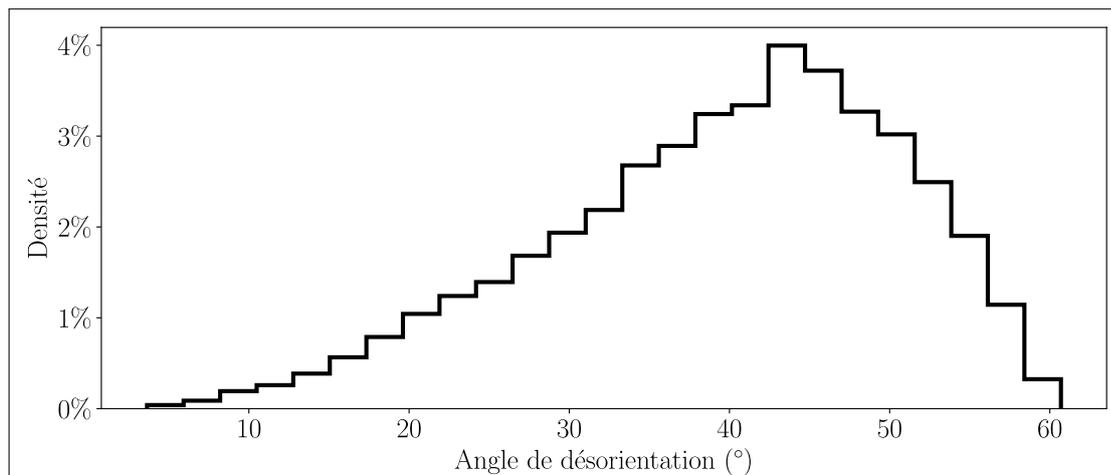


FIGURE C.2 – Distribution de la désorientation dans un matériau cubique non texturé, d'après [MT57]

Enfin, la $\text{GIOD } \Theta$, présentée dans le paragraphe 3.2.2, est l'angle de désorientation, pour un pixel donné, entre les orientations cristallographiques avant et après essai. Son calcul présuppose que les deux cartographies EBSD (avant et après essai) sont repositionnées dans le même référentiel.

Annexe D

Compléments graphiques à l'essai sur le fer pur recristallisé

Cette annexe propose plusieurs figures qui accompagnent l'essai sur le fer pur recristallisé présenté dans le chapitre 3.

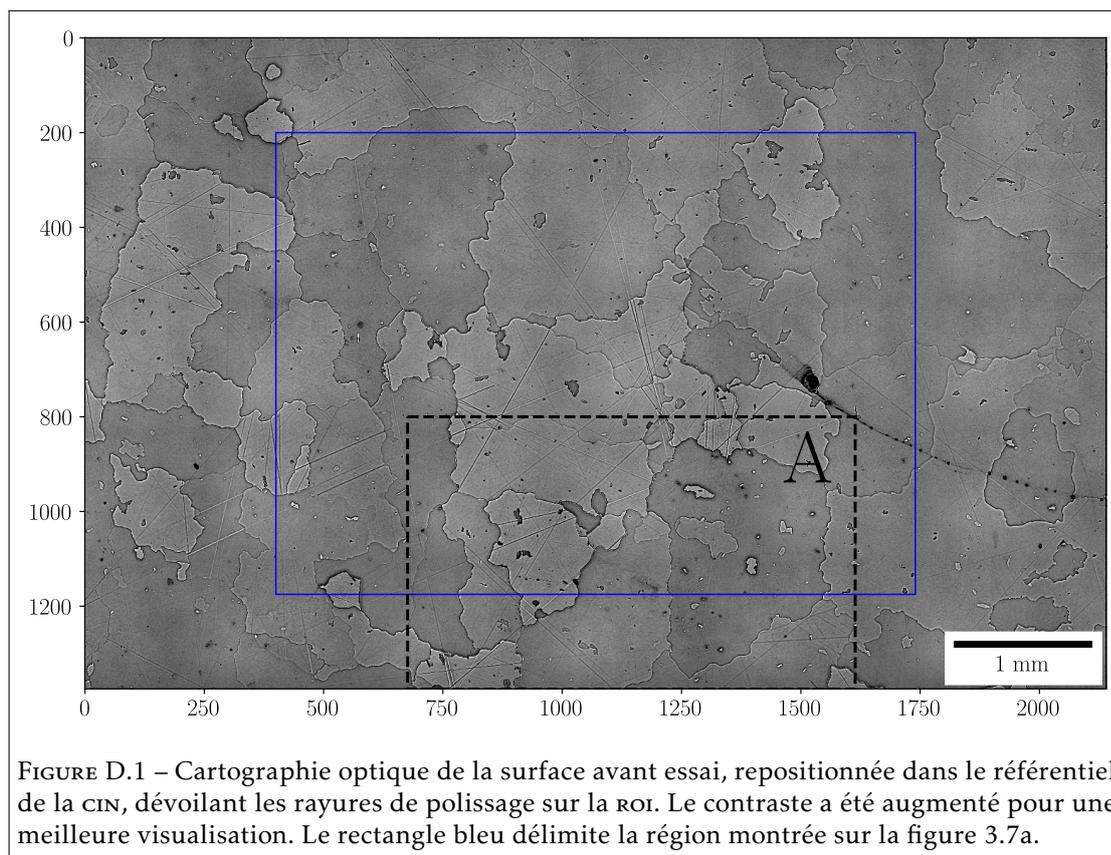


FIGURE D.1 – Cartographie optique de la surface avant essai, repositionnée dans le référentiel de la CIN, dévoilant les rayures de polissage sur la ROI. Le contraste a été augmenté pour une meilleure visualisation. Le rectangle bleu délimite la région montrée sur la figure 3.7a.

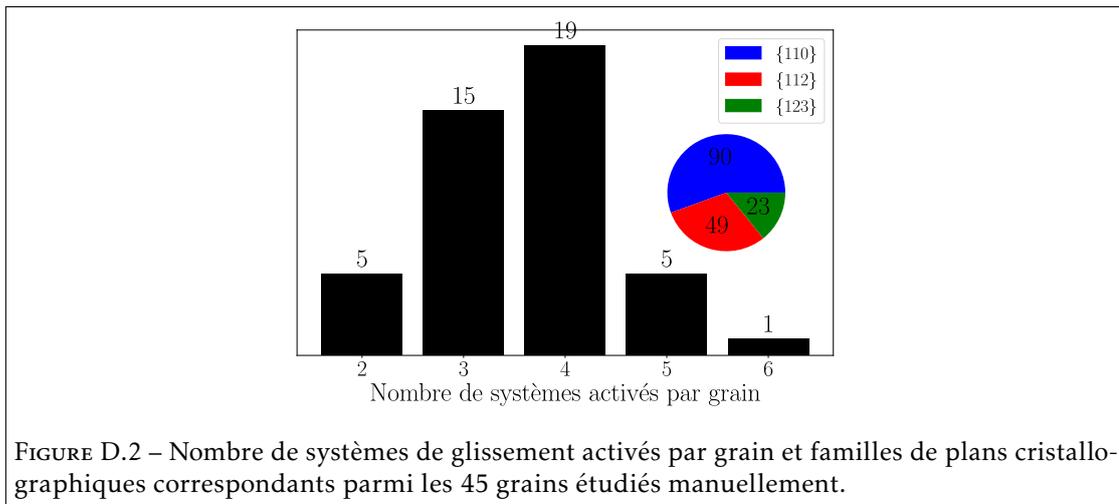


FIGURE D.2 – Nombre de systèmes de glissement activés par grain et familles de plans cristallo-graphiques correspondants parmi les 45 grains étudiés manuellement.

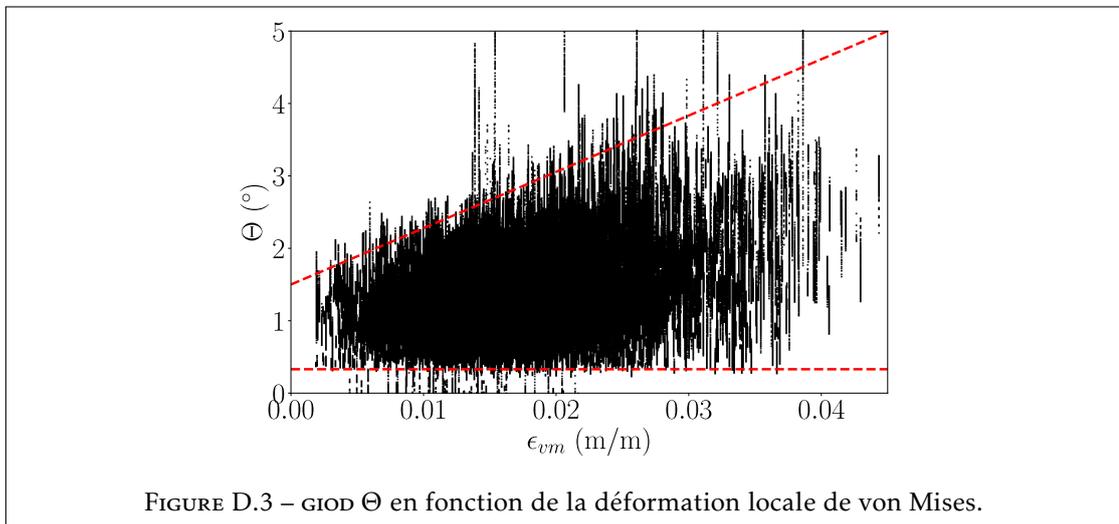


FIGURE D.3 – GIOD Θ en fonction de la déformation locale de von Mises.

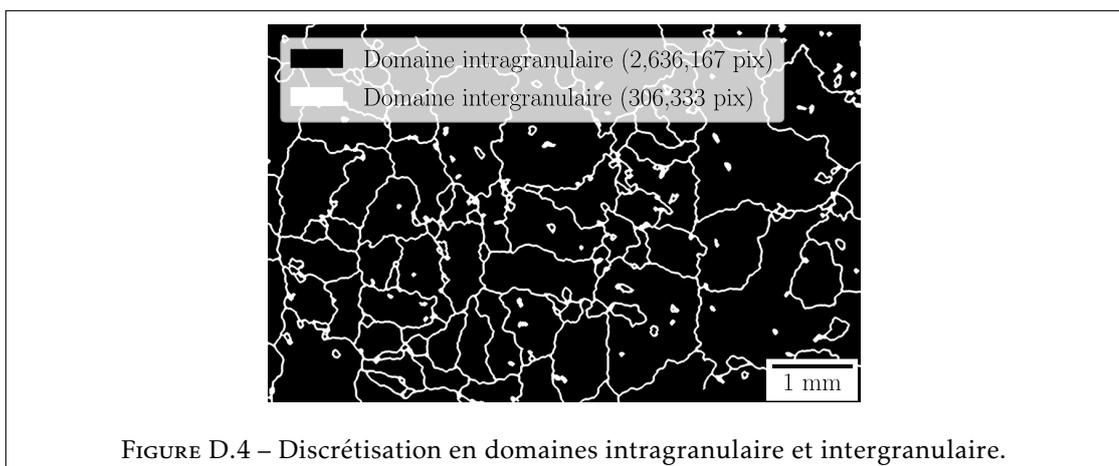


FIGURE D.4 – Discretisation en domaines intragranulaire et intergranulaire.

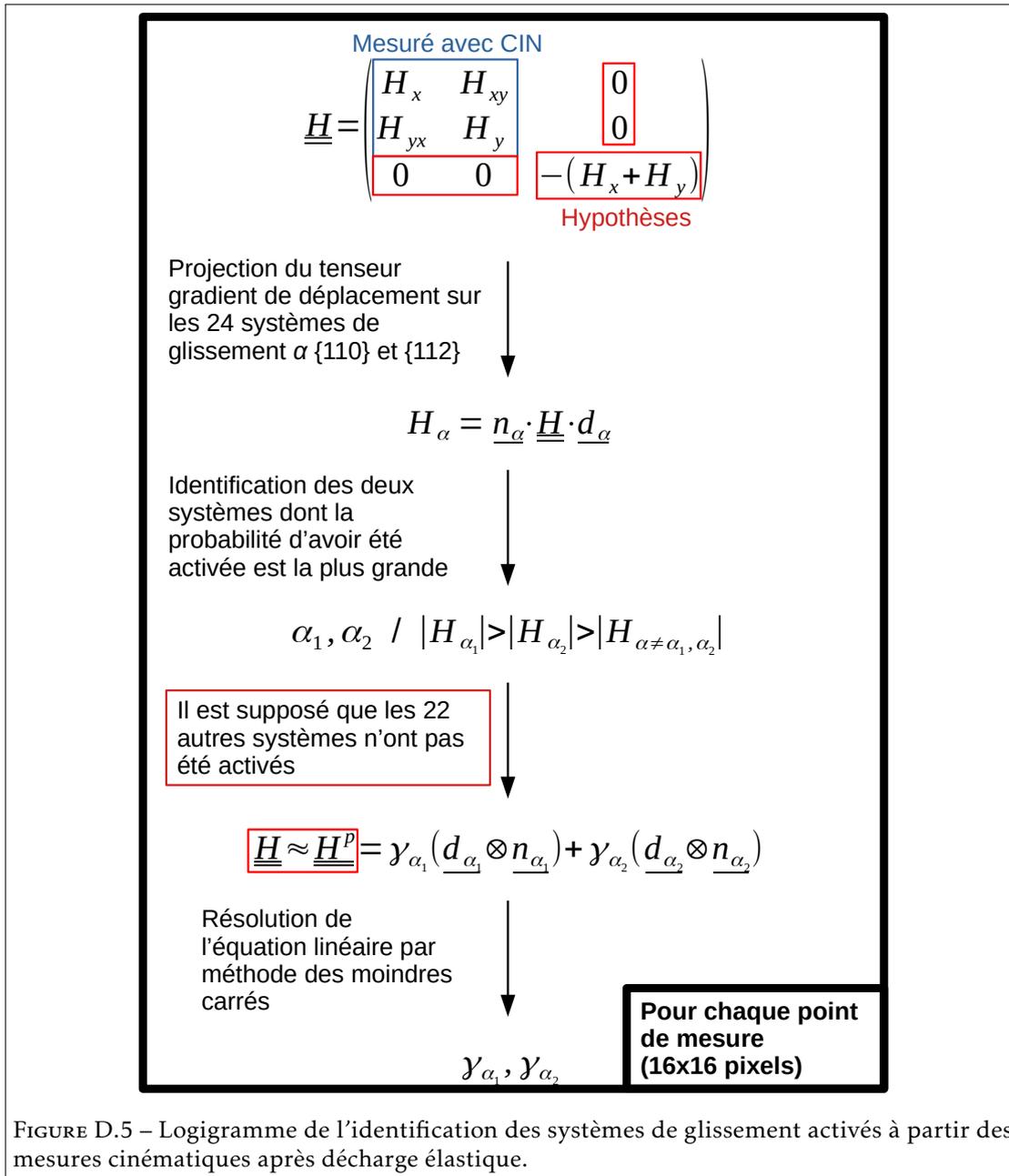
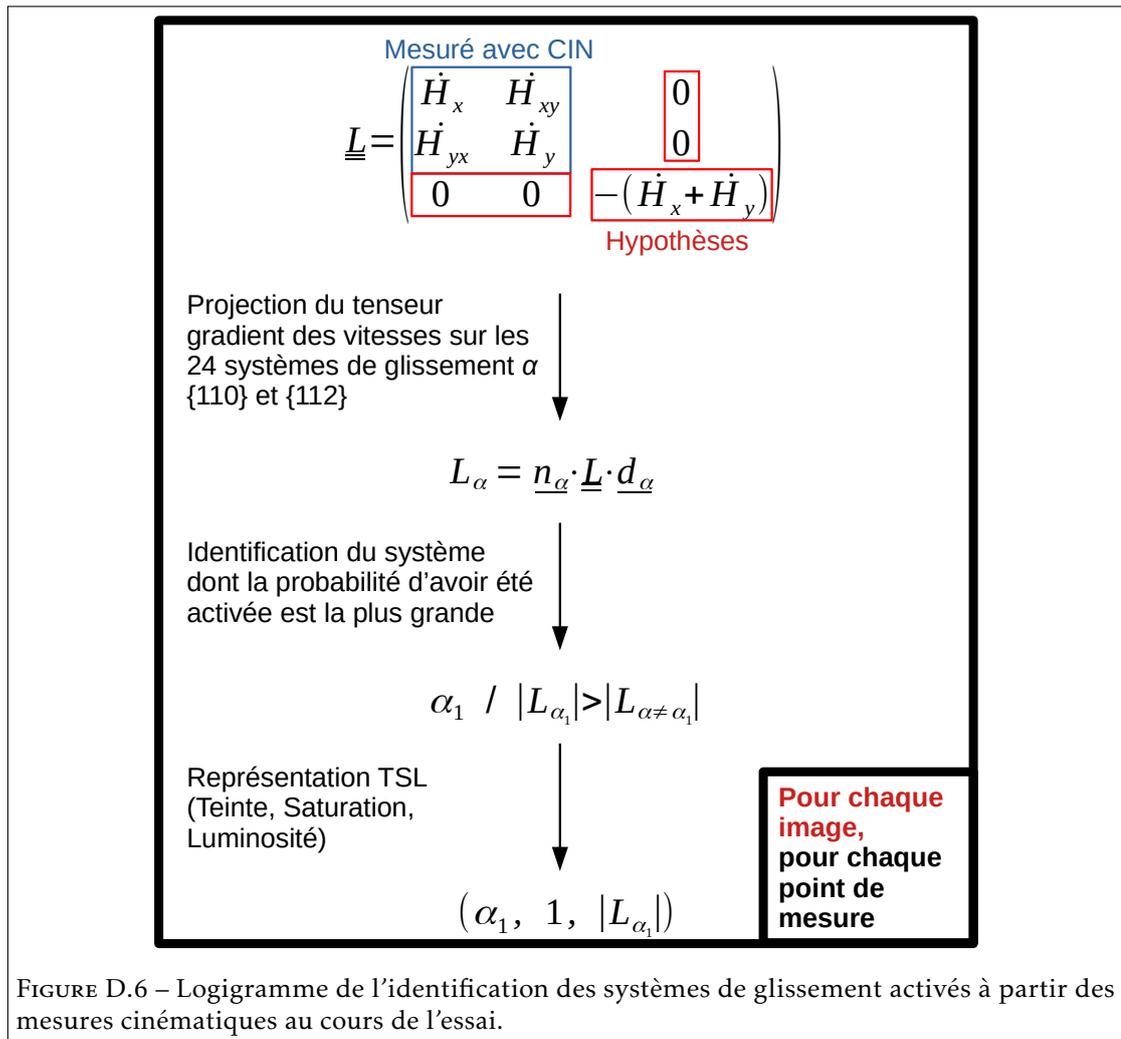


FIGURE D.5 – Logigramme de l'identification des systèmes de glissement activés à partir des mesures cinématiques après décharge élastique.



Corrélation de rang de Spearman

La corrélation de rang de Spearman vise à évaluer la corrélation entre deux ensembles de données [Zar05]. Elle est apparentée à la plus connue corrélation de Pearson, mais la principale différence est qu'elle ne recherche pas une relation linéaire entre les ensembles de données. Plutôt, elle évalue la relation entre leurs rangs, c'est-à-dire si une augmentation monotone du premier ensemble est accompagnée d'une augmentation monotone du second, indépendamment de leurs valeurs. Le principal résultat de la corrélation de rang de Spearman est le coefficient de corrélation de Spearman ρ , qui est calculé comme suit :

$$\rho = \frac{\text{cov}(R(X), R(Y))}{\sigma_{R(X)}\sigma_{R(Y)}}$$

Dans l'équation ci-dessus, X et Y sont les deux ensembles de données qui sont évalués. $R(x)$ et $R(Y)$ sont les rangs de X et Y , $\text{cov}(R(X), R(Y))$ est la covariance des rangs et $\sigma_{R(X)}$ et $\sigma_{R(Y)}$ sont les écarts-types des rangs. Cette formule est la même que celle utilisée dans la corrélation de Pearson, mais appliquée aux rangs des ensembles de données. En d'autres termes, le coefficient de corrélation de Spearman est égal au coefficient de corrélation de Pearson des rangs des ensembles de données.

ρ est distribué entre -1 et 1. Si $\rho = 1$ (respectivement -1), il existe une corrélation positive (négative) parfaite entre les rangs des ensembles de données X et Y , c'est-à-dire qu'une augmentation de X provoque nécessairement une augmentation (diminution) de Y . Si $\rho = 0$, il n'y a pas de corrélation.

En fonction du jeu de données, par exemple si la taille de l'échantillon est faible, il existe un risque que le coefficient de corrélation de Spearman ne soit pas significatif. Par conséquent, le coefficient de corrélation s'accompagne de l'évaluation de la significativité du résultat. La première étape consiste à définir l'hypothèse nulle H_0 , qui est généralement l'énoncé opposé de ce qui est étudié. Dans ce travail, l'objectif est de trouver toute corrélation potentielle (négative ou positive) entre les ensembles de données. Par conséquent, H_0 est : « les deux ensembles de données ne sont pas corrélés ». Par rapport à cette hypothèse, l'importance de la corrélation est la probabilité que deux jeux de données aléatoires, i.e. non corrélés, conduisent à un coefficient de corrélation ρ supérieur en valeur absolue à celui qui a été calculé précédemment. Cette probabilité est la valeur- p et est calculée en deux étapes. Tout d'abord, la « statistique-t » est

calculée :

$$t = \rho \sqrt{\frac{n-2}{1-\rho^2}}$$

où n est la taille de l'échantillon et ρ est le coefficient de corrélation de Spearman calculé. Ensuite, la valeur- p est calculée à partir de la valeur de t par rapport à une distribution- t de Student. Cette dernière dépend de H_0 : dans notre application, une distribution à deux côtés est utilisée parce à la fois les corrélations positive et négative sont recherchées. Par conséquent, la valeur- p est égale à :

$$p = 2 * (1 - \text{cdf}(t))$$

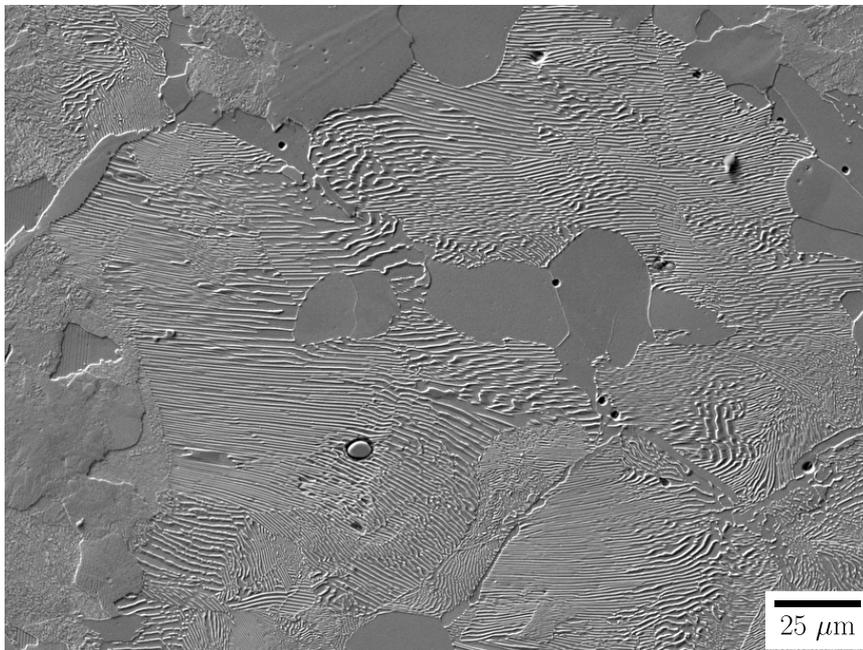
où $\text{cdf}(t)$ est la fonction de distribution cumulative de la distribution- t à deux côtés.

Puisqu'il s'agit d'une probabilité, p est distribué entre 0 et 1. Pour conclure quant à la significativité du coefficient de corrélation mesuré, p doit être comparé à un risque d'erreur α , fixé arbitrairement. D'une part, si $p > \alpha$, on conclut que la probabilité que deux ensembles de données aléatoires conduisent à un coefficient de corrélation supérieur à ρ est trop élevée, et donc que l'hypothèse nulle H_0 ne peut être rejetée : il est probable que les deux ensembles de données ne soient pas corrélés, c'est-à-dire que le résultat n'est pas statistiquement significatif. En revanche, si $p < \alpha$, alors la probabilité que deux ensembles de données aléatoires conduisent à un coefficient de corrélation supérieur à ρ est suffisamment faible pour rejeter H_0 : le résultat est considéré comme statistiquement significatif, et la valeur de ρ peut être analysée plus avant. Par conséquent, la décision finale dépend du risque d'erreur α qui est fixé. Comme toujours en statistique, il est possible de commettre une erreur en rejetant (ou en ne rejetant pas) à tort l'hypothèse nulle, quelle que soit la valeur de p calculée.

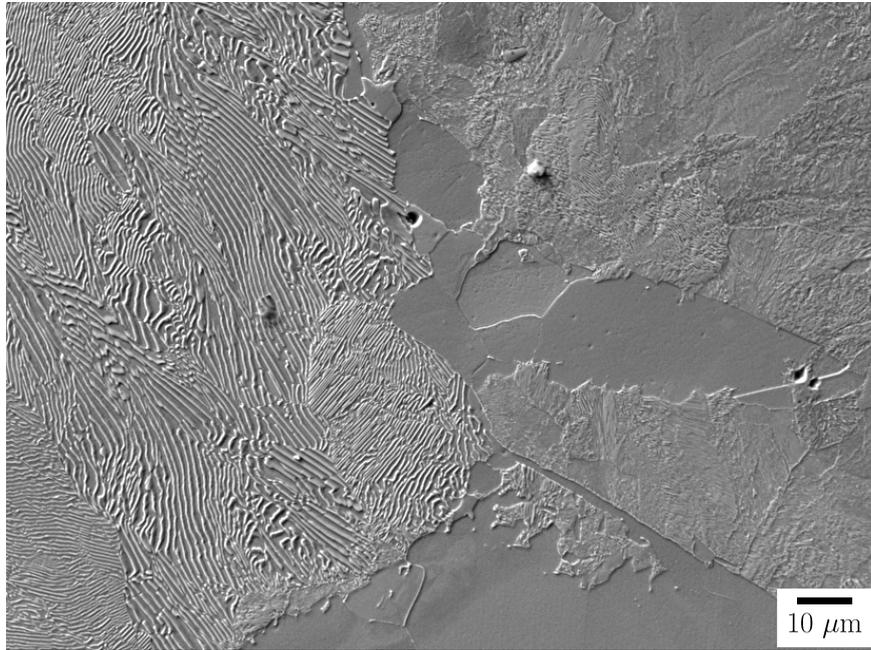
Compléments graphiques aux essais sur éprouvettes ferrito-perlitiques élaborées en laboratoire

Cette annexe présente, d'une part, quelques micrographies électroniques mettant en évidence la diversité de distances interlamellaires perlitiques en surface des éprouvettes de traction I et J élaborées en laboratoire, et d'autre part, deux figures qui accompagnent les essais de traction sur ces mêmes éprouvettes (section 5.3).

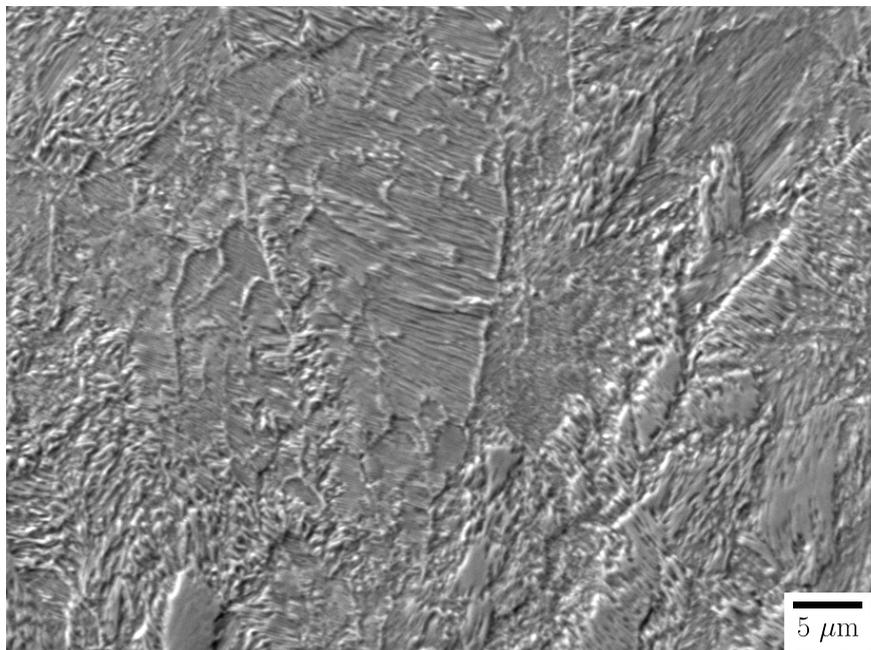
(a) Éprouvette I, X500 : perlite très grossière ($\lambda \approx 750$ nm)

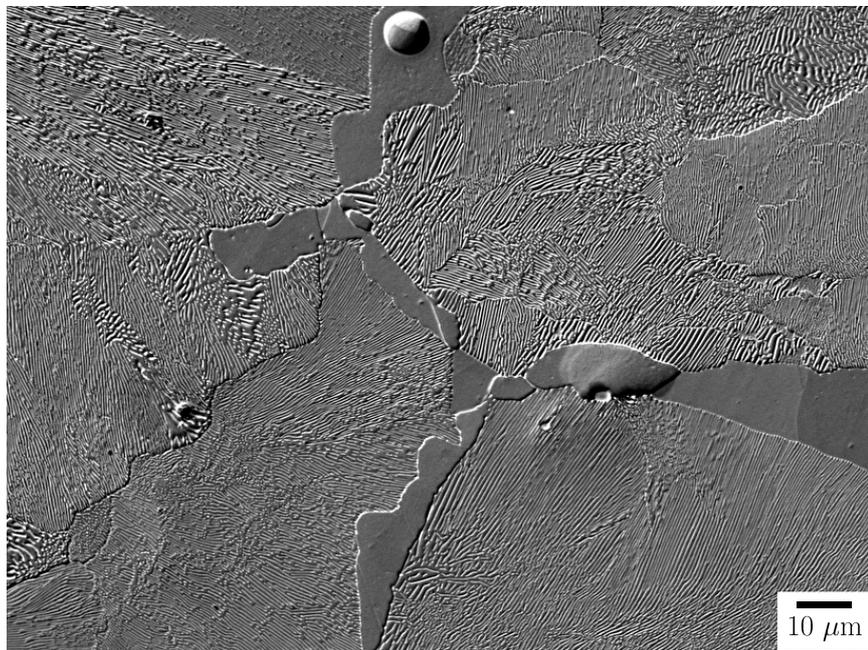
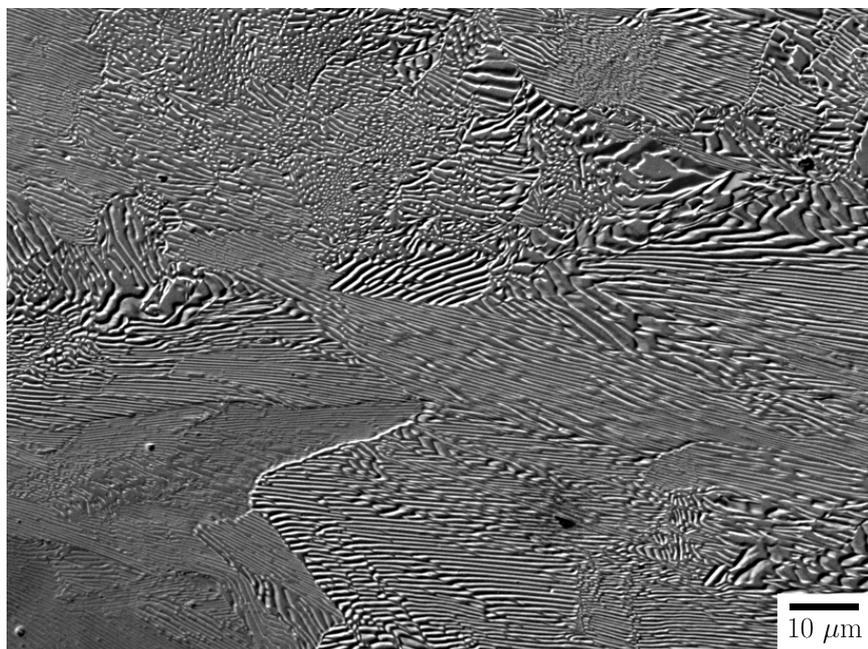


(b) Éprouvette I, X800 : colonies voisines de perlite très grossière (gauche) et fine (droite)

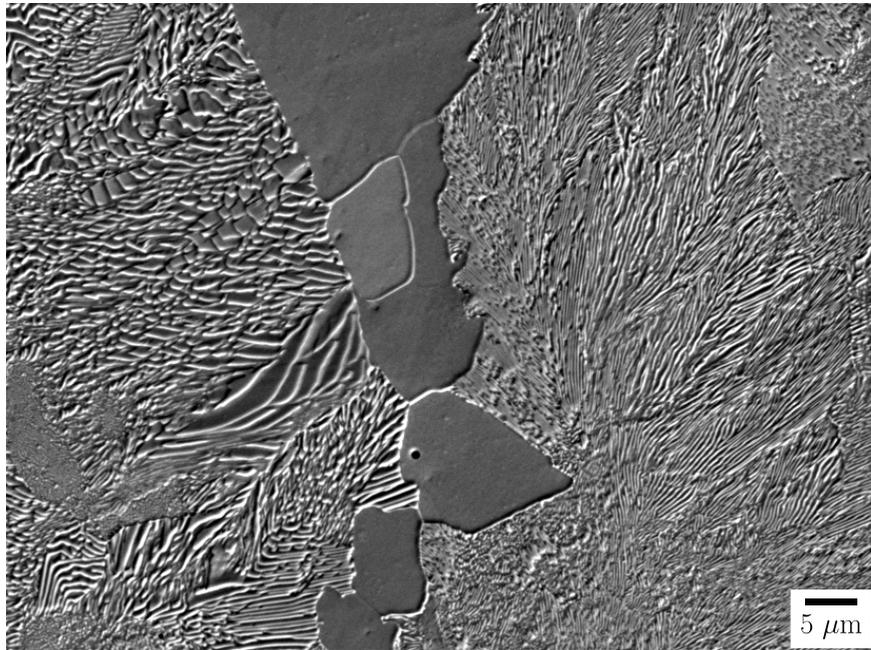


(c) Éprouvette I, X2000 : perlite fine ($\lambda < 150$ nm)



(d) Éprouvette J, X800 : perlite très grossière ($\lambda \approx 450$ nm)(e) Éprouvette J, X1000 : perlite très grossière ($\lambda \approx 420$ nm)

(f) Éprouvette J, X1500 : colonies voisines de perlite plus ou moins grossière



(g) Éprouvette J, X2000 : perlite relativement grossière ($\lambda \approx 250$ nm)

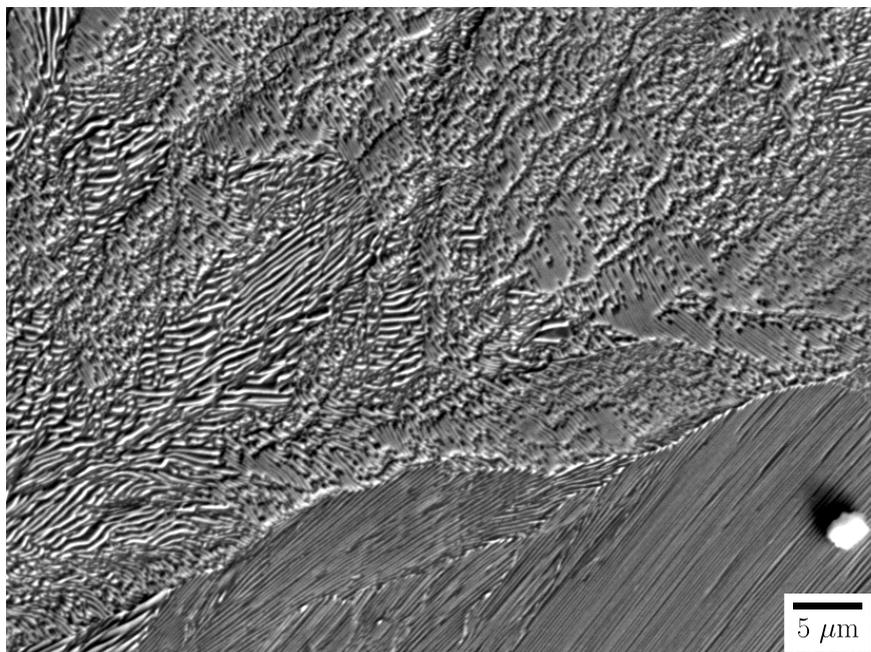


FIGURE F.1 – Images MEB de la structure lamellaire perlitique en surface des éprouvettes I et J.

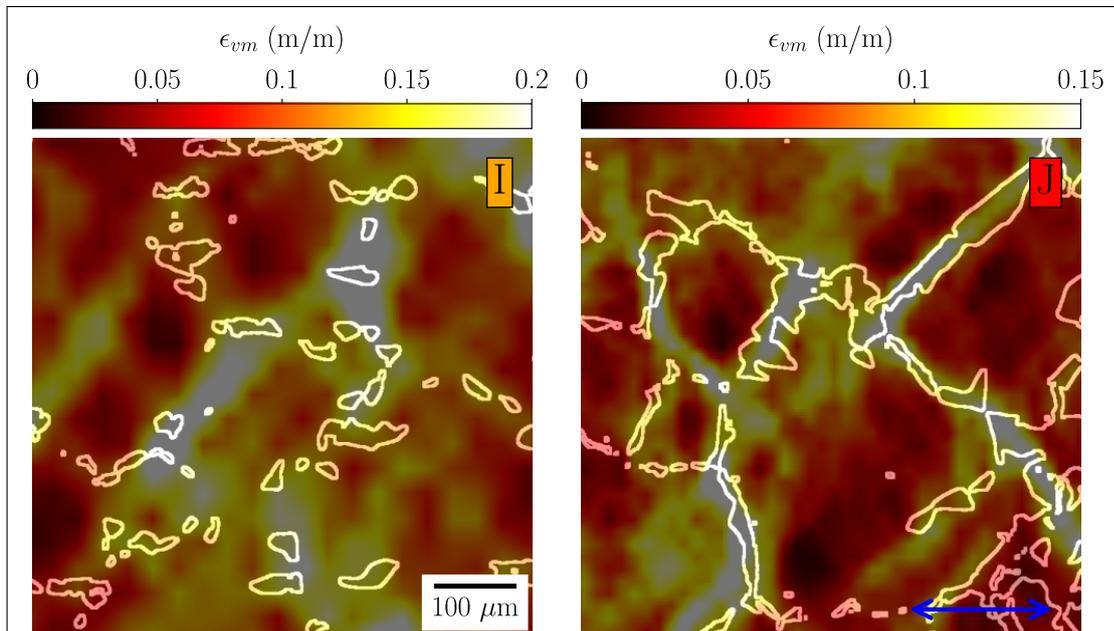


FIGURE F.2 – Déformation de von Mises mesurée après décharge élastique en surface des éprouvettes I et J, superposée à la microstructure ferrito-perlitique. Les contours de la ferrite pro-eutectoïde sont mis en évidence en traits blancs mais les joints entre grains ne sont pas tracés. La direction de traction est la direction horizontale.

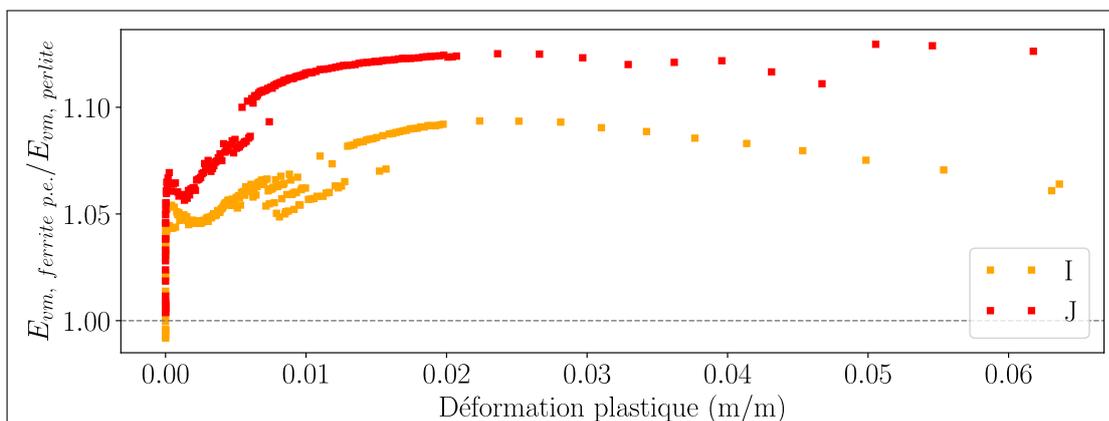


FIGURE F.3 – Évolution du rapport entre la déformation moyenne de von Mises dans la ferrite pro-eutectoïde et celle dans la perlite eutectoïde en surface des éprouvettes I et J.

Résumé

Les organes de roulement ferroviaires (roues et axes) présentent des gradients de microstructure ferrito-perlitique, c'est-à-dire une variation continue de la taille et de la fraction des constituants de la microstructure (ferrite pro-eutectoïde et perlite eutectoïde). L'impact de ces gradients sur la durée de vie en fatigue est incertain. Cette thèse s'intéresse à une problématique préalable mais nécessaire : l'identification des mécanismes de plasticité de ces aciers ferrito-perlitiques sous sollicitation monotone.

Pour ce faire, une méthodologie expérimentale, s'appuyant sur des mesures de champs cinématiques surfaciques à l'échelle de la microstructure par la méthode de Corrélation d'Images Numériques, a été développée. Les mesures sont superposées sur la microstructure repositionnée et analysées au regard de la taille et de l'orientation cristallographique des constituants de la microstructure en surface. Elles sont complétées après essai par des observations optiques et électroniques de la surface déformée.

Cette méthodologie est appliquée sur dans un premier temps sur une éprouvette de fer pur recristallisée, dont la microstructure ferritique monophasée et à gros grains permet de projeter les mesures cinématiques sur les directions préférentielles de glissement et d'analyser finement les localisations de plasticité. Dans un second temps, l'étude d'une éprouvette à microstructure perlitique, préalablement élaborée en laboratoire permet d'aborder les hétérogénéités de déformation dans le constituant plus complexe qu'est la perlite eutectoïde. Enfin, les essais sont réalisés sur des éprouvettes à microstructure ferrito-perlitique prélevées dans les organes ferroviaires ou élaborées en laboratoire. L'influence respective de la fraction des constituants, de la taille de la microstructure et de l'espacement interlamellaire perlitique est discutée.

Mots clés : microstructure – mesure de champs – plasticité – aciers ferrito-perlitiques – hétérogénéités – localisations

Abstract

Railway gears (wheels and axles) show ferrite-pearlite microstructure gradients, i.e. a continuous variation in the size and fraction of the microstructure constituents (pro-eutectoid ferrite and eutectoid pearlite). The impact of these gradients on the fatigue life is uncertain. This thesis focuses on a preliminary but necessary problem: the identification of the plasticity mechanisms of these ferrite-pearlite steels under monotonic loading.

To this end, an experimental methodology, based on full-field kinematics surface measurements at the microstructural scale with Digital Image Correlation, has been developed. The measurements are superimposed on the repositioned microstructure and analyzed with respect to the size and crystallographic orientation of the surface microstructure constituents. They are completed after testing by optical and electron observations of the deformed surface.

This methodology is first applied on a recrystallized pure iron specimen, whose single-phase, coarse-grained ferrite microstructure allows to project the kinematic measurements on the preferential slip directions and to analyze finely the plasticity localizations. In a second step, the study of a specimen with pearlite microstructure, previously elaborated in laboratory, allows to investigate strain heterogeneities in the more complex constituent that is eutectoid pearlite. Finally, the tests are carried out on specimens with ferrite-pearlite microstructure extracted from railway gears or elaborated in laboratory. The respective influence of the fraction of constituents, the size of the microstructure and the pearlite interlamellar spacing is discussed.

Keywords: microstructure – full-field measurements – plasticity – ferrite-pearlite steels – heterogeneities – localisations