

UNIVERSITÉ PARIS 13

Institut Galilée

THESE

pour obtenir le grade de

DOCTEUR DE L'UNIVERSITE PARIS XIII

SORBONNE PARIS CITÉ

Discipline : Mécanique des Matériaux

Présentée et soutenue publiquement par

Manel KHARRAT DAMMAK

le 7 avril 2014

Titre :

**Evolutions microstructurales, écrouissage et endommagement
de composites à matrice métallique Fe-TiB₂
en chargement monotone et inversé**

MEMBRES DU JURY

M. Jean-Pierre CHEVALIER	Président
M ^{me} Véronique AUBIN	Rapporteur
Jean Yves BUFFIÈRE	Rapporteur
M. Guy DIRRAS	Examineur
M. David BARBIER	Examineur
Mme Monique GASPÉRINI	Directrice de thèse
M. Patrick FRANCIOSI	Co-directeur de thèse

Thèse préparée au sein du Laboratoire des Sciences des Procédés et des Matériaux
LSPM-CNRS, UPR 3407, Institut Galilée, Université Paris XII

Remerciements

L'exercice des remerciements est à la fois simple tant je me sens redevable à de nombreuses personnes, et difficile car je ne voudrais omettre personne.

Pour commencer, Je tiens à remercier Monique Gaspérini et Patrick Franciosi, respectivement directrice et co-directeur de cette thèse, pour m'avoir fait confiance et cru en moi depuis mon recrutement en 2010 malgré ma situation personnelle un peu particulière (de jeune maman).

Merci à Monique pour m'avoir guidée, encouragée, consacré autant de temps, de confiance et d'échanges (scientifiques et autres !) tout en me laissant une grande liberté et autonomie pour réaliser ce travail. Merci aussi de m'avoir accompagnée pour de nombreuses conférences et d'avoir partagé avec moi (et avec ma petite famille aussi!) des moments mémorables.

Monique, l'esprit, le cœur vif et minutieux mis en œuvre pour cette activité je le dois à toi particulièrement, j'espère pouvoir encore apprendre de toi et rester en contact avec toi.

Merci à Patrick pour tous les efforts fournis et la patience manifestée à mon égard notamment pour la partie modélisation.

Mes remerciements s'adressent ensuite à David Barbier pour son soutien, ses conseils et son suivi permanent durant toute la thèse.

Je souhaite également exprimer ma gratitude aux différents membres du jury et plus particulièrement à Véronique Aubin et à Jean Yves Buffière pour avoir accepté de rapporter sur ce travail et de contribuer par leurs nombreuses remarques et suggestions à améliorer la qualité de ce mémoire, je leur en suis très reconnaissante.

Aussi, j'adresse mes profonds remerciements à tous les partenaires du projet ANR dans lequel s'inscrit mon travail pour les échanges tant fructueux qui ont eu lieu lors des différentes réunions d'avancement du projet. Je remercie particulièrement Eric Maire de m'avoir offert l'opportunité de découvrir le synchrotron de Grenoble et de bénéficier des équipements de son laboratoire et à Sylvie Lartigue pour les échanges continuels et la collaboration en cours autour du Fe-TiB₂.

Je fais ensuite une dédicace spéciale à tous mes collègues docteurs et doctorants du LSPM que j'ai eu le plaisir de côtoyer durant ces quelques années pour leur bonne humeur qui ont fait de ces trois années une aventure incroyable où le temps passé n'était pas un fardeau. Je pense à Noémie (qui était présente dans mes moments de doutes et de pression), Guy Daniel, Nadim, Romain, Kevin, Luckasz et aux nouveaux arrivants Sabrina, Stéphane, Bermane, Walid.

A Yann Charles, addict de la culture et temples d'Asie, merci pour ta simplicité, ta bonne humeur et pour les nombreuses discussions et dépannages informatiques.

Ces remerciements ne seraient pas complets sans mentionner les chercheurs et ingénieurs qui ont contribué au bon déroulement de cette étude, notamment Aziz Hocini et Ovidiu Brinza, sans oublier Rémy Chiron pour sa précieuse formation au MEB EBSD et Thierry Chauveau pour son professionnalisme et ses mesures DRX. Merci également à Marie Hélène qui m'a beaucoup soutenue lors des problèmes de découpes par électroérosion!

*Enfin les mots les plus simples sont aussi les plus forts, j'adresse toute ma reconnaissance et mon affection à ma famille, ma belle-famille, et en particulier à toi mon cher mari et à mon trésor Fatima Zahra. Tous et chacun à sa manière, m'ont soutenue, boostée et épaulée sans arrêt pendant toute la période de ce projet. Leur intelligence, leur confiance et leur tendresse me portent et me guident tous les jours. Merci pour avoir fait de moi ce que je suis aujourd'hui. **Je vous aime.***

A mon chéri Mahmoud.

A ma fille F. Zahra

Table des matières

Introduction générale.....	1
Chapitre I. Synthèse bibliographique.....	5
Introduction.....	5
I.1. Généralités sur les composites à matrice métallique (CMM).....	7
I.1.1. Introduction.....	7
I.1.2. Les composites à matrice métallique.....	8
I.1.3. CMM à renforts particuliers CMMP.....	9
I.1.4. Le diborure de Titane	11
I.2. Comportement mécanique et endommagement des CMMP.....	17
I.2.1. Comportement mécanique des CMMP.....	17
I.2.2. Endommagement des CMMP.....	26
I.3. Comportement en cisaillement simple et à grandes déformations de matériaux à base ferritiques	34
I.3.1. Intérêt de l'essai de cisaillement simple	34
I.3.2. Comportement en cisaillement simple inversé.....	34
I.4. Synthèse des travaux sur les composites Fe-TiB ₂ dans le contexte de l'étude.....	37
I.4.1. Essais de cisaillement simple exploratoires.....	37
I.4.2. Structure de l'interface matrice - renfort.....	38

I.4.3. Fissuration et rupture en flexion.....	39
Chapitre II. Matériaux et techniques expérimentales.....	43
Introduction	43
II.1. Matériaux.....	45
II.1.1. Composites Fe-TiB ₂	45
II.1.2. Aciers ferritiques monophasés	46
II.2. Techniques expérimentales.....	47
II.2.1. Outils de caractérisation microstructurale.....	47
II.2.2. Essais mécaniques	56
Conclusion	60
Chapitre III. Caractérisation de l'état initial.....	61
Introduction	61
III.1 Les Composites Fe-TiB ₂	63
III.1.1 Caractéristiques des renfortsTiB ₂	64
III.1.2 La matrice ferritique : microstructure et texture	74
III.1.3 Conclusion.....	78
III.2 Aciers ferritiques non renforcés F1 et F2.....	79
III.2.1 Morphologie et taille moyenne et des grains.....	79
III.2.2 Texture cristallographique globale.....	81
III.3 Bilan de synthèse de l'état initial.....	82
Chapitre IV. Analyse du comportement mécanique et modélisation	83
IV.1. Courbes de cisaillement simple.....	85
IV.1.1. Composites Fe-TiB ₂	85
IV.1.2. Aciers ferritiques de référence.....	87
IV.2. Analyse et discussion du comportement mécanique	89
IV.2.1. Ecrouissage des composites en chargement monotone.....	90
IV.2.2. Ecrouissage des composites en chargement inversé.....	92

IV.2.3. Ecroûissage de l'acier non renforcé.....	97
IV.3. Conclusion	99
IV.4. Modélisation phénoménologique de l'écroûissage	100
IV.4.1. Présentation du modèle	100
IV.4.2. Application du modèle aux résultats expérimentaux	102
Chapitre V. Evolution microstructurale et endommagement des composites Fe-TiB₂	107
Introduction.....	107
V.1. Analyses microstructurales après cisaillement simple	109
V.1.1. Stratégie et choix des états déformés.....	109
V.1.2. Evolution de microstructures et de textures.....	110
V.1.3. Endommagement des composites en cisaillement simple.....	117
V.1.4. Synthèse des investigations sur les états déformés en cisaillement simple	135
V.2. Etats déformés en flexion in situ	138
V.2.1. Aspect général de la microstructure sur la zone en traction	140
V.2.2. Suivi de l'évolution microstructurale	141
V.2.3. Synthèse des investigations en flexion in-situ	149
Chapitre VI. Complément numérique de l'étude de l'endommagement des composites	151
Introduction.....	151
VI.1. Présentation du modèle	153
VI.2. Démarche adoptée pour l'application du modèle.....	155
VI.3. Résultats préliminaires de simulation.....	158
VI.4. Ajustement de la loi de comportement de la matrice des composites.....	160
VI.4.1. Protocole	160
VI.4.2. Résultats	161
VI.4.3. Conclusion	168

VI.5.	Détermination de la loi d'endommagement	169
VI.5.1.	Corrélation contrainte dans les particules –taille de particules.....	169
VI.5.2.	Détermination des paramètres de la loi de weibull.....	172
VI.6.	Comportement résultant des composites.....	179

Conclusion générale et perspectives 183

Annexe 1 (§ II1.1.2).....	189
Annexe 2.a (§ VI.3.1.2).....	190
Annexe 2.b (§V.1.3.2.2).....	191
Annexe 2.c (§V.2)	192
Annexe 3.a (§ VI.1).....	194
Annexe 3.b (§ VI.2)	194
Annexe 3.c (§ VI.4.2).....	194

Références Bibliographiques 203

Introduction générale

Dans le cadre de réglementations environnementales de plus en plus sévères pour de nombreux secteurs industriels, notamment dans le domaine des transports, l'allègement des structures est une des voies prioritaires pour la réduction des émissions de CO₂. Dans le cas des aciers pour l'automobile, le développement de nouvelles nuances par l'amélioration de la maîtrise des relations microstructures/propriétés a permis de faire des progrès considérables en quelques décennies. Ainsi le contrôle de la composition, des traitements thermiques, des mécanismes de déformation,...ont permis aux sidérurgistes de mettre au point de nouveaux aciers à Très Haute Résistance (THR), comme les aciers micro-alliés, les aciers dual-phase, les aciers multiphasés qui ont apporté un gain significatif en termes d'allègement des véhicules et de sécurité des usagers grâce à l'amélioration de leur résistance mécanique. Toutefois cette génération d'aciers ne permet de répondre qu'en partie aux besoins de cette industrie, notamment pour les pièces dimensionnées en rigidité dont l'amélioration de performances nécessiterait des produits à module d'Young plus élevé. Il est donc essentiel de développer de nouveaux produits à rigidité spécifique améliorée qui permettent à la fois la réduction de masse et l'augmentation de la rigidité. Une des solutions pouvant être envisagées consiste à augmenter le module d'Young de l'acier et à diminuer sa densité apparente par « effet composite » en élaborant ainsi des composites à matrice métallique base acier, pour lequel l'intérêt est très récent.

Dans le cadre de ces enjeux industriels s'inscrit le projet ANR « ADRERA » (Acier à Densité Réduite et Rigidité Améliorée) multipartenaires (LSPM, ARSA, SIMAP, MATEIS, CNAM, ICMPE, LPCES, LPS) financé par l'Agence Nationale de la Recherche, et coordonné par Eric Maire (MATEIS), portant sur une nouvelle génération d'aciers élaboré par ArcelorMittal, sous forme de composites Fe-TiB₂ à matrice acier et à renforts céramiques particulières TiB₂, dont le gain attendu en rigidité spécifique est supérieure d'au moins 20% de celle des THR. Dans ce projet, les potentialités du composite Fe-TiB₂ sont étudiées, depuis l'élaboration du produit en laboratoire jusqu'au test de filière industrielle, en passant par la compréhension fine de sa microstructure et de son comportement mécanique

sous sollicitations variées. Outre un allègement significatif escompté (entre 15% et 30%) des structures dimensionnées en rigidité, ces nouveaux composites à matrice métallique d'intérêt industriel présentent l'avantage d'un mode d'élaboration original par coulée continue et donc compatible avec les outils industriels existants.

Ce projet soulève de nombreuses problématiques scientifiques à caractère fondamental portant essentiellement sur l'élaboration, caractérisation, modélisation,...menées en concertation entre les différents partenaires. Le présent travail s'inscrit parmi ces enjeux scientifiques et a pour but d'analyser les mécanismes de plasticité et d'endommagement de ce nouveau produit en vue de maîtriser les liens microstructure/propriétés mécaniques, indispensable pour les applications de mise en forme. Pour ce faire, il est nécessaire de disposer d'une base de données expérimentale à différentes échelles permettant ensuite d'alimenter les modèles de comportement adaptés à la mise en forme prenant en compte différents paramètres de la microstructure. Une attention particulière est portée ici à l'influence de la texture morphologique des composites, notamment la taille de grain de la matrice à distribution donnée de renforts, sur leur comportement plastique et l'initiation de l'endommagement, en liaison avec les évolutions microstructurales.

Ce mémoire se compose ainsi de six chapitres :

Dans une première partie, après des généralités sur les composites à matrice métallique (CMM), une synthèse des travaux de la littérature sur le comportement mécanique et l'endommagement des CMM, obtenus essentiellement à l'aide d'essai de traction uniaxiale sont présentés. L'intérêt de l'essai de cisaillement simple monotone ou inversé, notamment pour accéder à l'érouissage cinématique des matériaux métalliques après de grandes amplitudes de prédéformation, est abordé en deuxième partie. Enfin, l'étude bibliographique fait le point sur les résultats actuellement disponibles sur les travaux préliminaires à ce travail ou menés en parallèle à celui-ci (réalisés par les partenaires du projet ADRERA) relatifs à cette nouvelle famille de composites Fe-TiB₂, et utiles pour la présente étude.

Le deuxième chapitre est consacré d'une part à la présentation des différentes nuances de composites Fe-TiB₂ étudiés dans la thèse, ainsi que d'aciers ferritiques de référence, et d'autre part à la présentation des méthodes et des outils expérimentaux utilisés dans la caractérisation mécanique et microstructurale des différents matériaux de l'étude.

La caractérisation de la microstructure initiale des différents matériaux étudiés, à l'aide d'outils MEB/ EBSD et par DRX, fait l'objet du troisième chapitre. Une analyse quantitative des différents paramètres morphologiques des renforts est effectuée, étape utile à la compréhension des évolutions microstructurales ultérieure sous sollicitation mécanique et à leur quantification.

Les essais de cisaillement simple monotone et inversés sont présentés et analysés dans le quatrième chapitre, afin d'étudier l'effet des renforts et de la taille de grain de la matrice sur l'érouissage des composites Fe-TiB₂ et déterminer la part relative de l'érouissage cinématique pour les différents matériaux. L'application des résultats à une modélisation phénoménologique de l'érouissage pour décrire le backstress des composites est également discutée.

Le cinquième chapitre est consacré à l'analyse microstructurale des états déformés des composites. Il vise d'une part à dégager les mécanismes de déformation et d'endommagement statistiquement représentatifs en cisaillement simple à l'aide d'analyses MEB-EBSD et de traitement d'images, ainsi que de mesures par tomographie X réalisées au synchrotron de l'ESRF à Grenoble. D'autre part, l'initiation de l'endommagement des particules TiB_2 est examinée à l'aide d'essais de flexion in-situ.

Un modèle d'endommagement des matériaux hétérogènes basé sur un schéma d'homogénéisation affine de l'élasto-plasticité avec inclusions endommageables est considéré dans le sixième chapitre, pour tenter de prédire les contraintes de rupture des particules sur la base des résultats expérimentaux disponibles sur le comportement effectif des composites et sur l'évolution de l'endommagement des particules avec la déformation.

Les conclusions du travail et ses perspectives sont enfin brièvement présentées.

Chapitre I.

Synthèse bibliographique

Introduction

Dans cette première partie de ce manuscrit, une brève revue générale des propriétés de différentes familles de composites à matrice métallique (CMM) ainsi que les différents renforts utilisés est présentée, avec une attention accordée au renfort TiB_2 et à son utilisation dans différents alliages métalliques, particulièrement avec l'acier.

La deuxième partie de ce chapitre est dédiée à une revue des différents travaux de la littérature sur le comportement mécanique (en traction ou autre type de chargement) et l'endommagement de différents systèmes de CMM particulière, en lien avec les paramètres de la microstructure. L'objectif est de dégager les différentes tendances d'évolution des propriétés mécaniques et des mécanismes d'endommagement prépondérants des CMM avec la nature de la matrice, la morphologie et la distribution de renforts et la qualité de l'interface.

Dans la troisième partie, on s'intéresse plus particulièrement au comportement de matériaux à base ferritique en sollicitation de cisaillement simple. On se focalisera sur les aspects prépondérants de l'inversion du sens de sollicitation comme l'effet Bauschinger, qui traduit la diminution de la limite d'élasticité par rapport à la contrainte d'écoulement atteinte au premier chargement, et les régimes transitoires d'écrouissage pouvant apparaître sous sollicitations non monotones.

Enfin, une brève synthèse des principaux résultats des travaux préliminaires et en parallèle à la présente étude, effectués dans le cadre de ce projet ANR, est présentée en lien avec les objectifs de cette étude.

I.1. Généralités sur les composites à matrice métallique (CMM)

I.1.1. Introduction

Les matériaux composites sont des assemblages de deux ou plusieurs éléments non miscibles de natures différentes à l'échelle microstructurale (Gendre 2011). Ces matériaux sont développés et choisis pour leurs caractéristiques mécaniques, thermiques, chimiques, etc...Les propriétés mécaniques spécifiques (rapportées à la masse volumique) obtenues sont généralement meilleures que celles de la matrice seule (Figure 1).Le concept de matériau composite, par le choix des constituants et de leurs proportions respectives ainsi que par le choix de la forme et de la disposition des renforts, permet donc de concevoir des matériaux innovants aux performances améliorées.

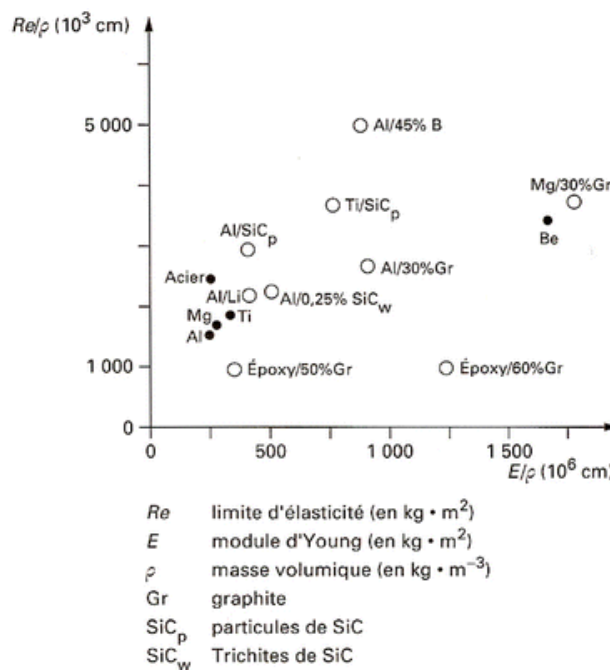


Figure 1 : Limite élastique et module d'Young spécifiques de quelques matériaux (Gendre 2011).

Les propriétés du composite résultent non seulement de celles de ses constituants, mais aussi de différents facteurs comme de la distribution des charges dans la matrice, l'interaction entre les constituants, et la nature de l'interface charge-matrice.

La matrice

La matrice a pour rôle essentiel de maintenir les renforts et assurer les transferts de charge. La nature du matériau constituant de la matrice permet de répertorier trois grandes classes de composite :

- Les composites à matrice polymère CMP : Leur utilisation est limitée au domaine de température inférieure à 200°C
- Les composites à matrice métallique CMM, détaillés ci après (dans la section I.1.2).

- Les composites à matrice céramique CMC : caractérisés par une résistance thermomécanique élevée et les températures d'utilisation sont supérieures à 1000°C.

La suite est consacrée à la famille des composites à matrice métallique CMM.

Les renforts

Les renforts apportent principalement leurs caractéristiques mécaniques élevées (modules et limite d'élasticité, résistance mécanique). Les renforts utilisés le plus fréquemment, sont de type céramique ou verre, bien que l'on trouve aussi des fibres métalliques. Les renforts peuvent être classés en deux catégories :

- Renforts continus : sous formes de fibres longues et sont généralement utilisés avec les matrices organiques et céramiques.
- Renforts discontinus : sous forme de particules, de trichite (ou de whiskers) et de fibres courtes.

L'interface

La nature de l'interface a une importance particulière dans le cas des CMM car elle conditionne les propriétés finales du matériau (Kim and Mai 2000) : une interface faible améliore la ductilité car les fissures sont déviées et voient leur propagation ralentie. Par contre, une interface forte améliore la rigidité et la limite d'élasticité en augmentant l'efficacité du transfert de charge entre le renfort et la matrice.

La qualité de l'interface dans les CMM est très variable et dépend généralement du mode d'élaboration. Il semble que les composites élaborés par voie solide donnent la plupart du temps une interface « propre » exempte de produits de réaction. Ce type d'interface paraît très résistant. Le passage à l'état liquide pour augmenter la cohésion matrice/renfort et la compacité peut être néfaste pour certains couple matrice/renfort (ségrégation de phases durcissantes au détriment de la matrice : on y note fréquemment la présence de phases fragilisantes, résultant de réactions chimiques produites entre les deux constituants lors de l'étape d'élaboration (Sriharan and Chan 2001; Huang, Dong et al. 2007; Ilo, Just et al. 2010) (Ma, Yu et al. 2013).

I.1.2. Les composites à matrice métallique

Les composites à matrice métallique ont été développés au début des années 60. Ces matériaux permettent de combiner de faibles dilatations thermiques, de bonnes propriétés mécaniques spécifiques et une résistance à l'usure et à l'abrasion élevée. Toutes ces aptitudes sont mises à profits dans la fabrication de pièces de structures (Kaczmar, Pietrzak et al. 2000). Dans les années 70-80, les études de prospective citaient de nombreux applications potentielles pour les CMM. Quelques applications ont vu le jour dans l'industrie automobile (insert de culasse en alliage d'Al renforcé par de fibres courtes d'Alumine), aérospatiale (corps creux en alliage d'Al renforcés de fibres continus SiC en substitution aux alliages de Titane) et dans le domaine d'électronique (boîtier d'encapsulation de circuits électroniques en CMAI) (Dermarkar 1990).

Les procédés de fabrication des CMM diffèrent selon que la matrice se trouve, lors de l'introduction des renforts, à l'état solide (métallurgie de poudres, soudage par diffusion « diffusion bonding »), semi solide (rhéomoulage) ou liquide (forgeage liquide, fonderie moyenne pression ...). Ces différents procédés d'élaboration sont décrits avec détails dans (Kaczmar, Pietrzak et al. 2000), (Dermarkar 2012) et (Froyen and Verlinden 1994).

I.1.3. CMM à renforts particuliers CMMP

Bien que les CMM renforcés par des renforts particuliers présentent des propriétés mécaniques plus faibles que celle renforcés obtenus avec des fibres courtes ou longues, ils sont les plus utilisés dans les applications industrielles. Ceci peut dû essentiellement à (Clyne and Withers 1993), (Luzuriaga2007):

- Coût plus faible du renfort et du composite
- Facilité des procédés secondaires (soudage, usinage, moulage)
- Disponibilité commerciale

I.1.3.1. Différents renforts pour les CMMP

Il existe quatre principales familles de renforts particuliers pour les CMM :

- Les carbures (SiC, TaC, WC, B₄C),
- Les nitrures (TaN, ZrN, Si₃N₄, TiN),
- Les borures (TaB₂, ZrB₂, TiB₂, WB)
- Les oxydes (ZrO₂, Al₂O₃, ThO₂)

Parmi ces renforts de nature et de cristallographies différentes, le TiB₂ se distingue par sa dureté élevée et sa nature réfractaire. Dès lors, son utilisation dans le domaine des CMM a attiré de nombreux travaux un grand nombre d'auteurs. La structure et les propriétés du diborure de titane TiB₂, ainsi que son utilisation dans les alliages métalliques fait l'objet du § I.1.4.

I.1.3.2. Les différentes familles de CMMP

Les métaux ou alliages métalliques utilisés dans la fabrication des CMM sont généralement choisis en fonction de leurs propriétés spécifiques dans l'état non renforcé (Kang, Wilkinson et al. 2006). Ainsi des métaux comme l'aluminium, le titane, le magnésium et le cuivre ont été utilisés, et plus récemment les efforts de recherche portent sur les aciers. Les différentes propriétés (physiques, mécaniques, d'usage..), le mode d'élaboration et les applications des différents CMM (CMAI, CMMg, CMCu, CMTi..) sont détaillés dans différents ouvrages et mémoires de thèse (Luzuriaga2007), (Dermarkar 2012), (Kaczmar, Pietrzak et al. 2000). Quelques familles de CMMP sont présentées succinctement ci après.

Composite à matrice Aluminium (CMAI)

Les composites à matrice Aluminium ou alliage légers d'Aluminium (CMAI) sont les plus couramment utilisés. L'association de particules céramiques résistantes à l'abrasion et à la corrosion aux alliages d'aluminium conventionnels conduit à une diminution du coefficient de dilatation thermique et une amélioration des propriétés mécaniques et tribologiques (Kumar,

Panwar et al. 2013) tout en maintenant un niveau acceptable de coût de fabrication. Les CMAI trouvent ainsi des applications dans le domaine automobile, aérospatial, électroniques et de loisirs (Froyen and Verlinden 1994).

Une vaste variété de renforts céramiques a été utilisée dans les CMAI, parmi lesquels le plus utilisé est le SiC (Padmanabhan, MacDonald et al. 2004; Singh, Deng et al. 2010) mais on trouve aussi les TiC (Jamaati, Amir Khanlou et al. 2011; Kaftelen, Ünlü et al. 2011), B₄C (Zhang, Ramesh et al. 2004), Si₃N₄ (Roger, Lu et al. 1993), Al₂O₃ (Ganguly, Poole et al. 2001) et TiB₂ (Suresh, Shenbag et al. 2012).

Composite à matrice Magnésium

La faible densité du magnésium et de ses alliages ainsi que sa basse température de fusion en font un candidat intéressant comme matrice pour les structures très sensibles aux incidences de masses élevées (satellites). Dans le domaine des renforts discontinus, la technologie de fonderie a été utilisée pour introduire des particules de SiC (Wang, Wu et al. 2007; Deng, Shi et al. 2012) et d'alumine. (Zhang, Zhao et al. 2010) ont tenté d'introduire par voie liquide et in situ des particules TiB₂ à un alliage de magnésium et notent une réduction de la taille de grain de Mg, un changement de la morphologie des grains et de meilleures propriétés mécaniques après ajout de particules TiB₂.

Composite à matrice Titane

Le titane et ses alliages sont des métaux présentant de nombreuses propriétés très intéressantes : résistance mécanique spécifique élevée, bonne résistance à la corrosion. Cependant ces alliages souffrent de deux problèmes majeurs : la faible rigidité et les propriétés mécaniques médiocres à hautes et moyennes températures (Dermarker 2012). Les études de composites à matrice titane (CMTi) ont donc cherché à augmenter le niveau de rigidité des alliages de titane sans dégrader les caractéristiques mécaniques (Tjong and Mai 2008). La principale difficulté est due ici à la très grande réactivité du titane (Wanjara, Drew et al. 2000).

I.1.3.3. Composite à matrice Acier (CMA)

Bien que de nombreux travaux ont porté sur les composites à matrice à base d'alliages métalliques légers, les efforts de recherche ont été récemment accordés au développement de composites à matrice acier (CMA) en raison de leur faible coût et leurs bonnes propriétés mécaniques (résistance et rigidité de l'acier supérieures à celles de l'Aluminium).

La plupart des travaux sur les composites acier/céramique ont porté sur les CMA renforcés par des particules TiC, élaborés essentiellement par le procédé de métallurgie de poudres. Des tentatives de synthèse par voie liquide avec précipitation in situ ont ensuite émergé afin de pallier aux problèmes de porosité et de contamination d'interfaces provoqués lors de la synthèse par métallurgie de poudres (Raghunath, Bhat et al. 2005), (Mei, Yan et al. 2003) et (Bandyopadhyay, Chatterjee et al. 2004).

D'autres types de renforts particuliers céramiques tel que des SiC (Pelleg 1999), V₈C₇ (Zhong, Hojamberdiev et al. 2013) et TiB₂ ont été également utilisés avec les aciers. Le système Fe/TiB₂ est détaillé plus loin dans la section I.1.4.3.

Certains auteurs motivés essentiellement par la réduction de coût de fabrication des composites, ont tenté d'élaborer par des techniques in situ, un CMA renforcé à la fois par des particules TiB_2 et de SiC de taille micronique (Akhtar 2008; Li, Liu et al. 2010). Leurs travaux montrent que les particules TiB_2 et TiC précipitent respectivement sous forme hexagonale prismatique et sphérique. Ces différents auteurs montrent que les composites TiB_2 -TiC/Fe ont une excellente résistance à l'usure.

Il est donc à noter que l'ensemble de ces travaux sur les CMA, portent essentiellement sur les propriétés d'abrasion et de résistance à l'usure et peu sont ceux qui ont traité les propriétés mécaniques qui en découlent (Pelleg 1999) (Li, Zong et al. 2010; Bacon, Edwards et al. 2013).

I.1.4. Le diborure de Titane

I.1.4.1. Généralités

Propriétés

Le diborure de titane (TiB_2) est un matériau céramique avec un très haut point de fusion ($3225C^\circ \pm 20^\circ$). Il n'existe pas dans la nature et est généralement synthétisé par réduction carbothermique du TiO_2 et B_2O_3 . Il est inerte et principalement caractérisé par sa dureté élevée (aussi élevée que celle des SiC : 3400HV pour TiB_2 et 3500 pour les SiC) (Waśkowska, Gerward et al. 2011), sa stabilité chimique (il est stable même en présence d'acide extrêmement corrosif tel que le HCL et HF) et ses propriétés tribologiques remarquables. (Abi Nader, Borhan et al. 1998), (Degnan and Shipway 2002).

En outre, le TiB_2 est thermiquement et électriquement conducteur et possède un faible coefficient de dilatation thermique (Anal, Bandyopadhyay et al. 2006). Grâce à son module spécifique extrêmement élevé ($120 \text{ GPa/mg.m}^{-3}$), TiB_2 est particulièrement attrayant pour les applications dont le poids et la rigidité des composants sont recherchés. Les propriétés thermiques, physiques et mécaniques expliquent l'intérêt de l'utilisation de TiB_2 massif ou en poudre dans différents domaines d'ingénierie. Les principales propriétés du TiB_2 sont résumées dans le Tableau 1. Les valeurs présentées correspondent à des échantillons de pureté supérieure à 98% et d'une densité de $(4,5 \pm 0,1) \text{ g/cm}^3$ (Munro 2000).

Tableau 1 : Propriétés du TiB_2 (Munro 2000).

Property	20°C	500°C	1000°C	1200°C	1500°C	2000°C
Compressive strength (MPa)	1.8	-	-	-	-	-
Single crystal Density (g/cm ³)	4.500	4.449	4.389	4.363	4.322	4.248
Elastic Modulus (GPa)	565	550	534	-	-	-
Flexural strength (MPa)	400	429	459	471	489	-
Fracture Toughness (MPa m ^{1/2})	6.2	-	-	-	-	-
Friction coefficient ^a	0.9	0.9	0.6	-	-	-
Hardness ^b (GPa)	25	11	4.6	-	-	-
Lattice parameter ^c Å	3.029	3.039	3.052	3.057	3.066	3.082
Poisson's ratio	0.108	0.108	0.108	-	-	-
Shear Modulus (GPa)	255	248	241	-	-	-
Specific Heat (J/Kg.K)	617	1073	1186	1228	1291	1396
Thermal conductivity (W/m.K)	96	81	78.1	77.8	-	-
Thermal Diffusivity (cm ² /s)	0.30	0.17	0.149	0.147	-	-
Thermal expansion (10 ⁻⁶ K ⁻¹)	6.4	7.0	7.7	7.9	8.3	8.9
Weibull Modulus	11					

Structure du TiB_2

La structure du TiB_2 est de type AlB_2 . Il s'agit d'un réseau hexagonal simple (selon lequel les di borures de métaux de transition cristallisent) composé d'atomes de réseau hexagonal de métaux de transitions (ici le Ti) et de réseau triangulaire d'atomes purs de bore qui sont alternativement empilés le long de l'axe c, comme indiqué sur la Figure 2.

La Figure 3 indique quelques plans et directions de bas indices du système hexagonal.

La nature de liaison dans le TiB_2 est mixte constituée de liaisons de type ionique, métallique et covalente. L'existence de la liaison covalente a une influence directe sur les propriétés de ce matériau et pourrait expliquer la faible ductilité, la dureté et le point de fusion élevé de ce matériau (Ramesh, Pramod et al. 2011; Waśkowska, Gerward et al. 2011).

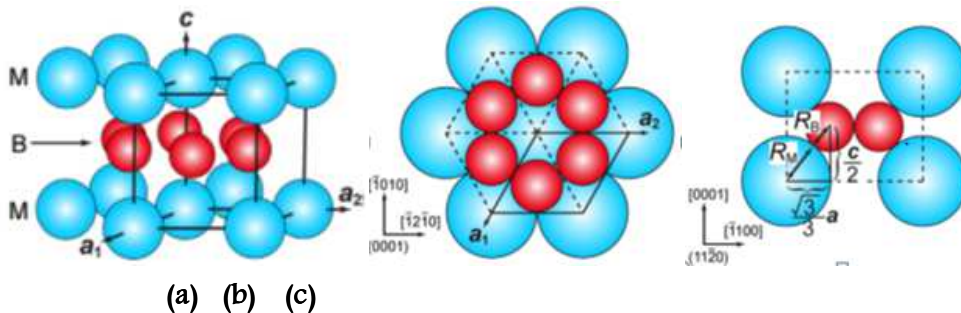


Figure 2 : Structure cristalline des di borures métalliques avec la structure hexagonale AlB_2 . Projection de la structure du cristal selon les directions (b) $[0001]$ et (c) $[11-20]$ (Okamoto, Kusakari et al. 2010)

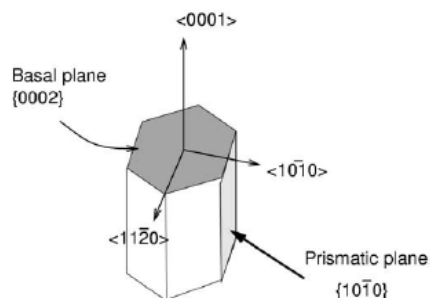


Figure 3 : Quelques directions et plans de bas-indice du système hexagonal (Carrere, Valle et al. 2004).

Applications

Le diborure de titane a été initialement développé pour des applications militaires en raison de sa dureté et sa résistance à la température. Ainsi, il a d'abord été utilisé dans les armures légères pour les chars américains (Abi Nader, Borhan et al. 1998). Néanmoins, son excellente combinaison de propriétés a conduit rapidement à son utilisation dans d'autres applications telles que des buses, des joints, des outils de coupe, et composants résistants à la corrosion et à l'abrasion, etc...Aujourd'hui le TiB_2 est très utilisé dans des creusets en raison de sa température de fusion élevée et de son inertie chimique. Ces propriétés combinées avec sa conductivité électrique ont ouvert de nouvelles applications pour le TiB_2 dans le domaine de fusion de l'aluminium primaire en tant que cathodes ou d'outils de manipulation de métaux liquides et dans les composites à matrice métalliques et céramiques (Cheloui, Zhang et al. 2011).

I.1.4.2. TiB_2 dans les alliages métalliques

De nombreuses études ont porté sur l'ajout de particules TiB_2 aux alliages métalliques, en tant qu'inoculant (pour affiner la taille de grain) dans les alliages d'Aluminium et/ou en tant que renforts pour les alliages d'Aluminium, de cuivre ou d'acier.

Dans les alliages d'aluminium, l'ajout du TiB_2 a un effet direct sur certaines caractéristiques importantes, il permet :

- L'optimisation de la microstructure en affinant la taille de grain, en diminuant le temps de solidification et en réduisant les défauts d'élaboration tel que les porosités et les microretassures (Luzuriaga 2007),(Lakshmi S., Lu et al. 1998). Par ailleurs, la nature réfractaire du TiB_2 évite la formation de produits de réaction interfaciale avec l'Aluminium, (ce qui conduit à de très bonnes résistance d'interface dû à la bonne adhérence la matrice et le renfort TiB_2 , comme illustré sur la Figure 4 (Ramesh, Pramod et al. 2011).

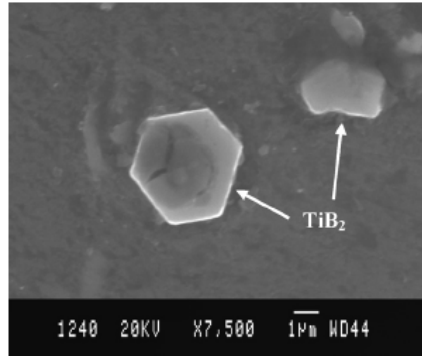


Figure 4 : Micrographie MEB du composite Al6061-TiB2 montrant une bonne cohésion entre la matrice et le renfort (Ramesh, Pramod et al. 2011)

- L'amélioration des propriétés thermiques: la conductivité thermique des composites Al/TiB₂ est supérieure à celle de l'alliage seul et atteint des valeurs plus importantes que celle obtenus avec les particules SiC ou Al₂O₃ (Luzuriaga 2007).
- L'amélioration des propriétés mécaniques à température ambiante et à haute température (Tee, Lu et al. 1999), (Kumar, Chakraborty et al. 2008). Cet aspect est présenté en détail dans la section I.2.1.
- Une meilleure résistance à l'usure du produit final (Tee, Lu et al. 2000; Kumar, Chakraborty et al. 2008).

L'ajout d'une quantité plus importante en TiB₂ que celle habituellement introduite lorsqu'il s'agit de son utilisation en tant qu'inoculant (~0,2 %vol.) offre de nombreux avantages supplémentaires qui pourraient compenser le coût élevé du matériau et explique l'utilisation des composites Al/TiB₂ ces dernières années dans les applications fonctionnelles et de structures hautes technologies : dans l'aérospatial, la défense, l'automobile ainsi que le domaine de sports et de loisirs (Suresh, Shenbag et al. 2012).

Le TiB₂ a été également utilisées comme renforts de taille nanométrique (~50 nm) dans les alliages de cuivre, et a conduit à une amélioration significative des propriétés mécaniques et électriques du matériau (Tu, Wang et al. 2002.).

I.1.4.3. TiB₂ en tant que renforts d'aciers

Parmi les carbures et les borures susceptibles de précipiter dans l'acier, le TiB₂ semble être l'un des meilleurs renforts, en particulier pour l'allègement des structures, grâce à son haut module spécifique d'une part, et à sa faible solubilité dans le fer (<4%) d'autre part qui permet de maintenir intactes les propriétés mécaniques du diborure de titane. L'incorporation des particules céramiques de TiB₂ dans une matrice acier a donné lieu à de nombreuses publications qui portent essentiellement sur les techniques d'élaboration, les microstructures et les propriétés d'usure et abrasive qui en résultent.

Une description détaillée des différents modes d'élaboration est présentée dans le mémoire de thèse (Gospodinova 2013), les principaux aspects sont présentés succinctement ci-après.

Synthèse basée sur la métallurgie de poudres :

Ce procédé comporte plusieurs variantes :

- ✓ (i) élaboration des poudres céramiques (ii) mélange avec la poudre acier (iii) compaction et frittage à HT de l'ensemble (Ottavi, Chaix et al. 1992) et (Tjong and Lau 1999).
- ✓ mélange de poudres d'alliages métalliques (Fe-Ti, Fe-B)(ii) compaction et frittage (formation des particules TiB_2 lors de cette étape (Yotte, Breyssea et al. 2001). Ce mode d'élaboration permet d'obtenir des composites à matrice acier renforcé par des particules céramiques TiB_2 dont les propriétés sont meilleures que l'acier non renforcé. Toutefois il présente quelques limitations :
 - Coût de fabrication élevé
 - Problèmes de cohésion d'interfaces liée à la contamination superficielle des poudres
 - Problèmes de porosités résiduelles même après les opérations de frittage

Synthèse par voie semi liquide

Ce procédé comporte les étapes suivantes :

(i) élaboration de pastilles Fe- TiB_2 à partir de poudres de Fe, Ti et B (ii) frittage et broyage des pastilles (iii) mélange de la poudre ainsi obtenue avec l'acier ordinaire en fusion.

(Degnam and SHIPWAY 2002) ont exploré cette voie et ont réussi pour certaines compositions, à avoir l'eutectique Fe- TiB_2 mais avec des dendrites de Fe et des particules TiC (Figure 5).

Toutefois, comme le montre la Figure 1, les limitations de cette méthode concernent essentiellement la distribution non homogène des particules TiB_2 en plus des problèmes de porosités résiduelles.

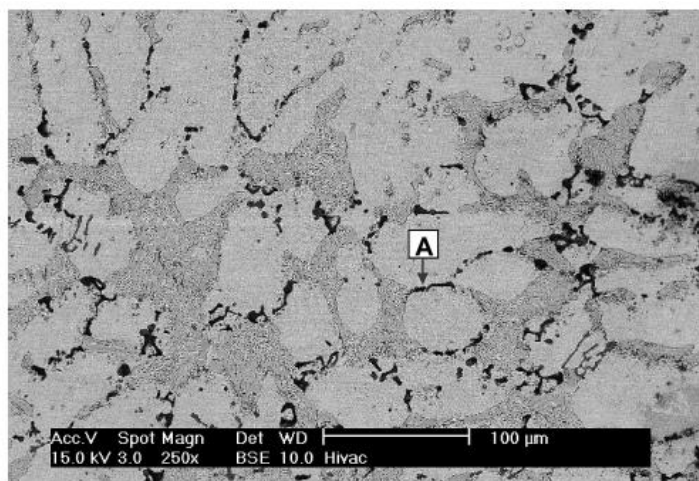


Figure 5 : Micrographie de l'alliage Fe-7.5wt% TiB_2 après trempe (Al/ TiB_2) (Degnam and SHIPWAY 2002)

Synthèse par voie solide

D'autres auteurs ont élaboré des composites Fe- TiB_2 par voie solide. Cette méthode comporte 3 grandes étapes :

- ✓ (i) mélange et fusion de trois alliages (Fe-Ti, Fe-B et Fe-W (Manoharan and Gupta 1999; Li, Liu et al. 2010) ou de composés commerciaux (Fe-B, Fe-Ti et Fe (Liu, Li et al. 2010) (ii) refroidissement dans des creusets métalliques recouverts de zircone (iii) laminage à chaud et recuit des lingots obtenus (Li, 2010).
- ✓ (i) Mélange de poudres d'Al et d'oxydes (Fe_2O_3 et TiO_2) (ii) préchauffage de l'ensemble dans un creuset recouvert de Zircone (iii) réaction exothermique de réduction des oxydes par l'Al conduit à la synthèse du Fe-TiB_2 par réaction à haute température d'auto-propagation (SHS) (Anal, Bandyopadhyay et al. 2006).

Les composites ainsi obtenus comportent des précipités TiB_2 de taille micrométrique et présentent d'excellentes propriétés d'usure et d'abrasion. (Anal, Bandyopadhyay et al. 2006) ont observé des particules TiB_2 petites et grosses (notées respectivement s et l sur la Figure 6), mais aussi une phase de type eutectique interdendritique Fe_2B , dispersés dans la matrice acier. On note également à partir de cette même figure une forme hexagonale des particules TiB_2 caractéristique de sa structure cristallographique, en cohérence avec les observations de (Akhtar 2008) qui montrent que le TiB_2 croît en développant une morphologie hexagonale. Les auteurs ont également constaté que le composite obtenu est très stable à haute température étant donné que la microstructure demeure inchangée après différents traitements de recuits.

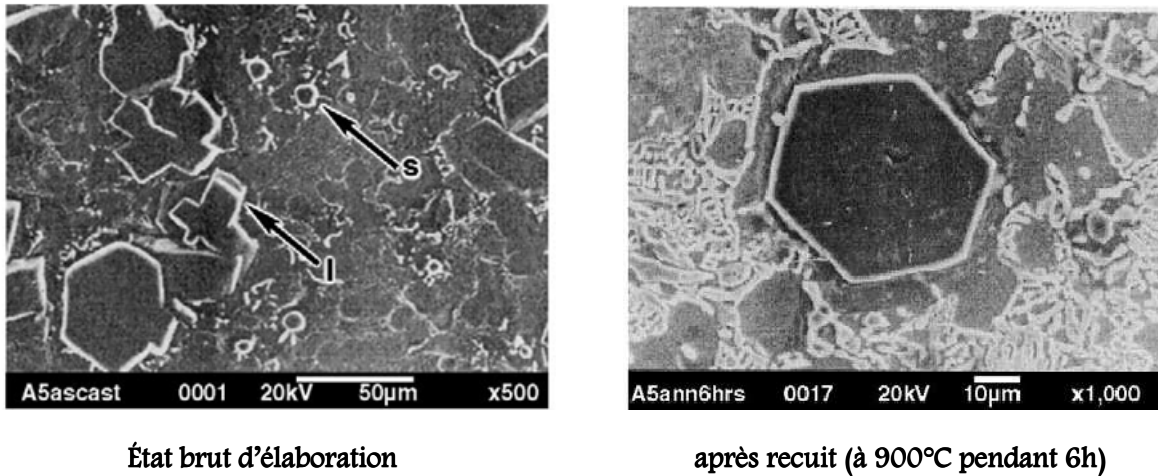


Figure 6 : Micrographies MEB du composite Fe-TiB_2 (Anal, Bandyopadhyay et al. 2006).

Synthèse par voie de coulée continue

Dans le système Fe-B-Ti, le diborure de titane précipite dans l'acier par solidification eutectique. Cette voie a été explorée par ArcelorMittal afin d'élaborer les composite Fe-TiB_2 de la présente étude, par une voie liquide : celle de la coulée continue avec la précipitation in situ des particules céramiques lors de la solidification eutectique. Ce mode d'élaboration original a été breveté (brevet Arcelor 2008) et vise à une production à grande échelle. La coulée est réalisée en lingots qui sont ensuite laminés (à chaud ou à froid selon l'épaisseur de tôle voulue) et éventuellement suivis d'un bobinage.

Lors de la solidification, plus la vitesse de refroidissement est importante plus la microstructure est fine. Aussi, le choix des conditions de laminage et de bobinage permet le contrôle de la taille de

grains de la matrice. Les conditions d'élaboration et de traitement thermomécaniques des matériaux de l'étude sont détaillées ultérieurement dans le § II.1.1.2

I.2. Comportement mécanique et endommagement des CMMP

I.2.1. Comportement mécanique des CMMP

I.2.1.1. Mécanismes de durcissement

I.2.1.1.1. Durcissement du à la matrice métallique

Durcir un matériau métallique et donc augmenter sa limite d'élasticité, consiste à gêner le mouvement des dislocations (sans l'entraver totalement afin d'éviter une fragilité inacceptable), responsable de la plupart des mécanismes de déformation non élastiques. Pour cela il faut créer des obstacles ou des « défauts » que l'on introduit volontairement dans le matériau. Ce sont par exemple :

- d'autres dislocations qui interceptent le plan de glissement des dislocations mobiles (durcissement par écrouissage)
- des atomes étrangers en insertion ou en substitution dans le réseau cristallin (durcissement par solution solide)
- des précipités fins de deuxième phase dispersée dans les grains (mécanismes d'Orowan)
- des joints de grains et des interfaces entre les constituants majeurs de la microstructure (effet Hall et Petch).

I.2.1.1.2. Durcissement par l'ajout de renforts

L'ajout d'une seconde phase contribue au durcissement de l'alliage selon différents mécanismes qui peuvent être classés en effets direct ou indirect (Miller and Humphreys 1991):

× Effets directs

Transfert de charge matrice -renforts

Dans le cas des composites à matrice métallique, la matrice assure le transfert de charge vers les renforts rigides (redistribution interne des efforts de la matrice vers les particules).

La contribution du mécanisme de transfert de charge au durcissement du composite dépend essentiellement de la fraction volumique de renforts et augmente quand cette fraction augmente.

× Effets Indirects

Les effets indirects sont liés aux changements induits dans la matrice à cause de la présence de la phase de renforcement et se résument à :

Affinement de la taille de grain de la matrice

L'addition de particules de seconde phase peut freiner la croissance des grains, et augmenter ainsi la densité de joints de grain, qui s'opposent au mouvement de dislocations. (Deng, Shi et al. 2012) constatent que les particules SiC de taille bimodale présentent un effet significatif d'affinement de

grains de la matrice en alliage de magnésium AZ91. De même, (Luzuriaga 2007) montrent que la taille de grain de la matrice du composite Al-TiB₂ est plus petite que celle de l'alliage d'Aluminium non renforcé et expliquent que les particules céramiques stimulent la nucléation des grains pendant la recristallisation et conduisent à un affinement de taille de grain de la matrice.

Différence de coefficient de dilatation thermique

Le coefficient de dilatation thermique (Coefficient Thermal Expansion en anglais, abrégé en CTE) des inclusions céramiques est généralement différent de celui de la matrice métallique. Lors du refroidissement du composite (ou de changements de température) les constituants se déforment différemment. Ces incompatibilités thermiques sont accommodées par la génération de dislocations dites géométriquement nécessaires (Geometrically-Necessary Dislocations en anglais, abrégé en GND) au voisinage des particules.

(Kim, Lee et al. 1990) ont investigué, à l'aide des observations MET, les dislocations générées lors du refroidissement à température ambiante des composites Al-SiC et Al-TiC avec différentes fractions et tailles de particules. Ils ont observé un gradient de dislocations générées à cause de contraintes thermoélastiques, avec une densité plus importante près des interfaces Al/SiC. Cette densité augmente avec la fraction volumique de particules SiC et diminue quand la taille de particules diminue, comme le montre la Figure 7.

Les auteurs ont également noté une densité de dislocations plus importantes aux angles vifs des particules due aux concentrations de contraintes plus élevées lors du refroidissement.

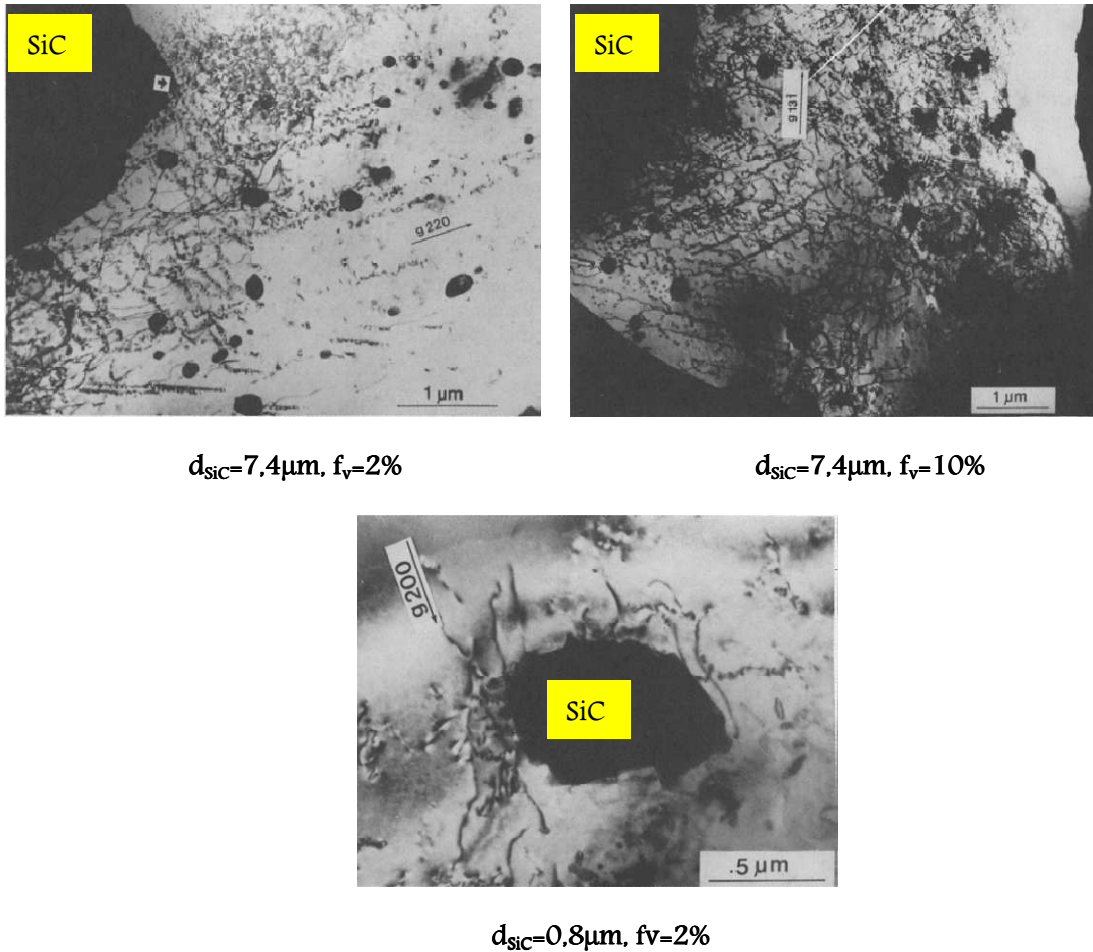


Figure 7 : Dislocations générées proche de l'interface Al₂O₃/SiC. (Kim, Lee et al. 1990)

Cependant, dans le cas de composites renforcés par des particules TiB₂, (Luzuriaga 2007) n'avait pas noté, lors des investigations MET du composite Al/TiB₂, d'augmentation de densité de dislocations au voisinage des particules TiB₂ dû à la différence de CTE entre le TiB₂ et la matrice Al, et propose que ceci peut être lié au faible taux de particules d'une part, et surtout au fait que la différence de CTE n'est pas aussi importante que dans le cas système Al/SiC où ce phénomène a été essentiellement observé. Le Tableau 2 récapitule les différences de coefficients de dilatation thermique ΔCTE pour ces différents composites en plus de celle du système Fe-TiB₂. Pour ce dernier, un faible effet de durcissement lié aux incompatibilités thermiques est attendu étant donné la faible différence de coefficients de dilatation thermique entre les deux phases constituantes du composite Fe-TiB₂ (qui sont encore plus faible que dans le cas du composite Al/TiB₂) (cf. Tableau 2).

Tableau 2 : différence de coefficients de dilatation thermique de quelques systèmes de composites

Composites	Al-SiC	Al-TiB ₂	Fe-TiB ₂
$\Delta CTE (10^{-5} K^{-1})$	2,17	1,5	0,58

I.2.1.2. Comportement global en traction

Cette partie s'intéresse à l'effet de l'ajout de renforts céramiques sur les propriétés mécaniques des CMM et de son évolution avec les différents paramètres morphologiques de la microstructure. Comme la quasi-totalité des travaux sur les composites Fe-TiB₂ concerne essentiellement l'élaboration et/ou les propriétés d'abrasion de ceux-ci, les tendances dégagées dans cette partie s'inspirent au mieux des travaux portant sur des CMA (avec différents types de particules céramiques) et/ ou de composites Al/TiB₂ mais aussi sur des composites base Al (renforcés par des SiC ou d'autres renforts céramiques).

I.2.1.2.1. En élasticité

L'ajout de particules céramiques rigides dans une matrice métallique permet d'augmenter le module élastique de l'alliage métallique (Srivatsan and Vasudevant 1998; Martín 2003; Cheng, Yang et al. 2010; Bacon, Edwards et al. 2013). (Yang and Sinclair 2003) enregistrent une augmentation de 15% du module du composite Fe-TiB₂ avec l'ajout de 15% en volume de particules TiB₂.

Différentes méthodes sont utilisés pour mesurer les coefficients d'élasticité (E, ν) des CMM : par indentation ou méthodes ultrasonores (Hauert, Rossoll et al. 2009; Roy, Gebert et al. 2011). Les valeurs obtenues par des essais de traction monotone ne sont pas suffisamment précis pour apprécier correctement les déformations en régime élastique. Ainsi, pour ce type de technique, des essais de charge décharge seraient plus appropriés.

Le module d'Young dépend essentiellement de la concentration des particules et augmente avec celui-ci (S. Gorsse ; Mcdanels 1985; Srivatsan and Vasudevant 1998; Tee, Lu et al. 1999; Kouzeli, Weber et al. 2001). (Kumar, Chakraborty et al. 2008) montrent que l'ajout de 5% et 10% de particules TiB₂ conduit à une augmentation respective de 20% et 33% du module du composite (Al-Si/TiB₂).

La distribution spatiale et la forme des particules ne semblent pas affecter le comportement élastique des CMM (Kouzeli, Weber et al. 2001). Il semble également indépendant de la nature de la matrice (Mcdanels 1985) et (Da Silva 1990).

Enfin, pour une fraction volumique de particules donnée, le module est quasiment isotrope dans le cas d'une répartition aléatoire de particules (Da Silva 1990) et (Mcdanels 1985). Toutefois, une orientation préférentielle des renforts peut conduire à une anisotropie de module du composite. (Ganesh and Chawla 2005) mesurent un module longitudinal (parallèle à l'axe d'extrusion) plus élevé comparé au module transversal dans le cas de particules SiC préférentiellement orientées selon la direction d'extrusion.

I.2.1.2.2. Contrainte d'écoulement et écrouissage

Les propriétés en traction du matériau de base sont généralement améliorées lors d'ajouts de particules céramiques (Pelleg 1999; Tee, Lu et al. 1999). (Bacon, Edwards et al. 2013) montrent que

L'ajout de 25% de particules TiB_2 à l'acier inox 316L conduit à une augmentation respective de 70% et 31% de la limite d'élasticité (Re) et de la résistance à la traction (Rm).

Néanmoins, une baisse de ductilité, souvent significative, des composites par rapport à l'alliage non renforcé est généralement observée (Tee, Lu et al. 1999; Jamaati, Amirkhanlou et al. 2011) et attribuée par certains auteurs (Corbin and Wilkinson 1994; Doel and Bowen 1996; Williams, Flom et al. 2010) à un endommagement précoce et à des contraintes de triaxialité plus élevées des composites dû à la présence des particules fragiles.

L'effet durcissant (bénéfique) de l'ajout de particules céramiques, dépend des paramètres microstructuraux. Il évolue avec la morphologie et la distribution des particules d'une part et de la nature de la matrice d'autre part.

Influence de la matrice

La matrice est le facteur qui affecte le plus la limite d'écoulement, la résistance mécanique et la ductilité du composite (Mcdanels 1985) (Lloyd 1991). Le comportement du composite reflète celui de la matrice : une matrice typiquement ductile tend à donner un composite plus ductile qu'une matrice réputée fragile (Da Silva 1990).

Par ailleurs, l'introduction de particules céramiques semble avoir un effet d'autant plus important que la matrice a des caractéristiques plus faible (Doel and Bowen 1996).

Influence de la morphologie de renforts

Le comportement mécanique des CMM est influencé par les renforts particuliers par l'intermédiaire des trois facteurs suivants : la taille des renforts, la fraction volumique f_v et la distribution spatiale.

✖ la contrainte d'écoulement, la résistance mécanique et la ductilité des CMMP dépendent essentiellement de la taille des particules et diminuent quand la taille de renforts augmente (Slipenyuk, Kuprin et al. 2004),(Kouzeli, Weber et al. 2001) et (Doel and Bowen 1996). L'augmentation de la taille de particules conduit à un taux d'écrouissage plus faible, une distribution moins uniforme de particules et un taux d'endommagement plus important ce qui conduit à une détérioration des propriétés mécaniques des composites. Lorsque la taille des particules est très importante (typiquement supérieure à $30\mu m$), une chute des propriétés en traction (Re et Rm) est observée et le comportement des composites devient inférieur à celui de la matrice, comme observé expérimentalement par (Da Silva 1990) et (Doel and Bowen 1996) dans le cas de composites base aluminium renforcés par des particules SiC de taille $29\mu m$ et $60\mu m$ respectivement.

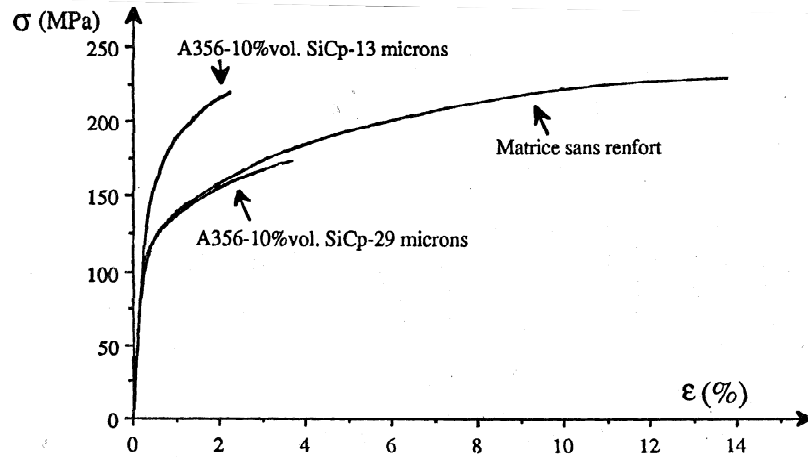


Figure 8 : Courbe de traction des composites A356-10% vol. SiC de taille 13 μm et 29 μm (Da Silva 1990).

La concentration en particules influence les propriétés mécaniques des CMMP. La limite d'écoulement R_e , la résistance mécanique R_m et le taux d'écrouissage initial augmentent linéairement avec la fraction volumique de renforts alors que la ductilité diminue avec celle-ci (Pelleg 1999), (Kumar, Chakraborty et al. 2008), (Kaczmar, Pietrzak et al. 2000), (Liu 1996) et (Tjong and Tam 2006), comme l'illustre la Figure 9. (Mcdanels 1985) explique que plus f_v est grande, plus la distance inter-particules est petite et l'interaction entre les dislocations est importante lors des premiers stades de déformation. Ces observations sont toutefois en désaccord avec les travaux de (Li, Zong et al. 2010) qui observent des propriétés mécaniques optimales jusqu'à $f_v=10\%$ pour un composite à matrice ferritique renforcé par différents types de renforts particuliers (SiC, Cr_3C_2 , TiC et Ti(C, N)) et une diminution des propriétés au-delà (Figure 10). Ce qui est attribué, selon ces mêmes auteurs, à une agglomération importante des particules lorsque $f_v > 10\%$.

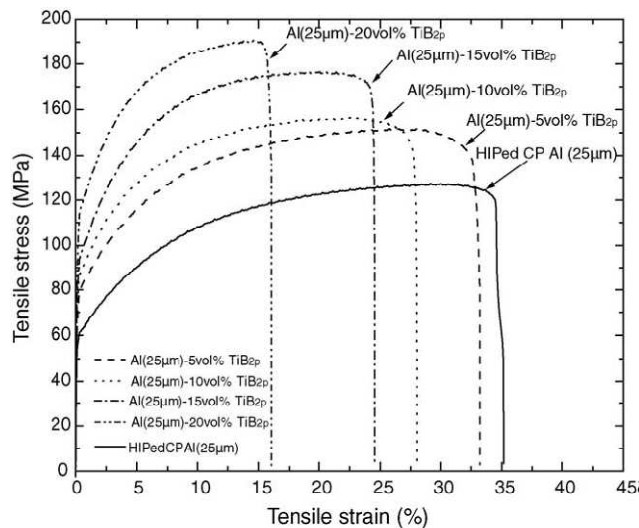


Figure 9 : Courbes contraintes- déformation pour un composite Al- TiB_2 avec différentes fractions volumiques de particules TiB_2 . La taille moyenne des grains de la matrice est de 25 μm . (Tjong and Tam 2006)

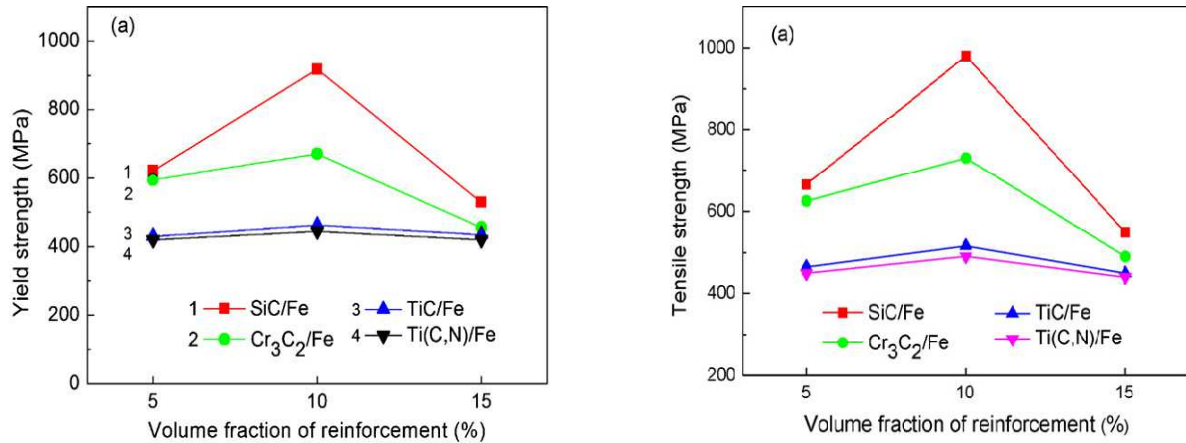
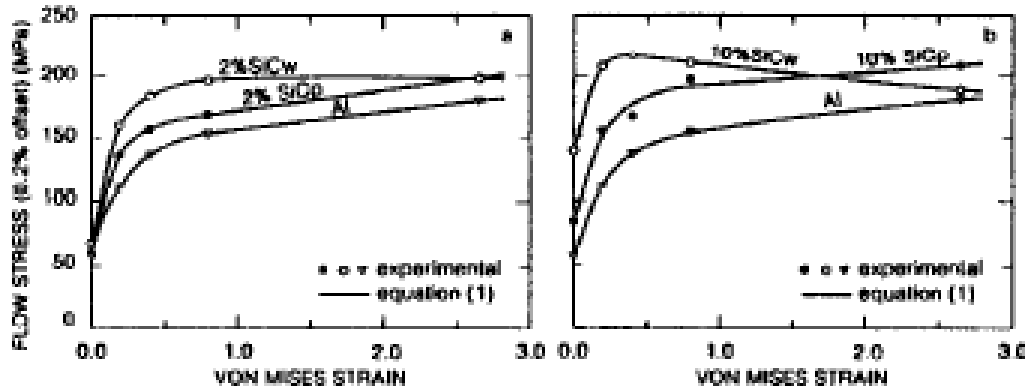


Figure 10 : évolution de la limite d'élasticité et de la résistance en traction avec la fraction volume de renforts dans le cas d'un composite base acier renforcé par différents types de renforts particuliers (SiC, TiC, Cr₃C₂ et Ti(C,N)) (Li, Zong et al. 2010).

L'homogénéité de distribution des particules affecte les propriétés mécaniques du composite : les propriétés mécaniques sont d'autant meilleures que la distribution est uniforme. La ductilité est particulièrement sensible à la distribution spatiale des particules : plus la distribution est hétérogène plus la ductilité est faible.

Les travaux expérimentaux de (Gür 2003) et (Slipenyuk, Kuprin et al. 2004) montrent que le rapport entre la taille de grains la matrice et la taille de renfort (d_M/d_R) est le facteur qui gouverne l'homogénéité de distribution des particules : cette distribution est d'autant plus uniforme que le ratio (d_M/d_R) est grand, pour une concentration en particules donnée.

Il est à noter que la sensibilité du comportement des CMM aux paramètres morphologiques de renforts, observée à partir de différentes études expérimentales, concerne principalement le comportement jusqu'à de relativement faibles déformations (typiquement <8%). A plus grandes déformations, (Liu 1996) montre que l'influence significative de la morphologie des renforts (f_v , forme..) sur l'écroutissage initial est réduite et le taux d'écroutissage des composites diminue plus rapidement pour devenir quasiment identique à celui de l'alliage de base. Une saturation de la contrainte d'écoulement et un fort adoucissement peuvent également être perceptibles, suggérant que le comportement des composites à grandes déformations est dominé, en plus des paramètres morphologiques de la microstructure, par d'autres facteurs caractéristiques de l'évolution microstructurale à grandes déformations et l'accumulation de l'endommagement.



(a) $f_v(\text{SiC})= 2\%$

(b) $f_v(\text{SiC})= 10\%$

Figure 11 : Courbes d'écroutissage de composites Al-SiC à renforts particuliers (p) ou sous forme de Wiskers (w) pour (a) une $f_v= 2\%$ et (b) de 10% de SiC, lors d'essais de traction précédée d'une déformation de $\epsilon=2,7$ par laminage à froid (Liu 1996).

Influence du type d'interface

Les interfaces jouent un rôle essentiel dans le comportement mécanique des CMM à renforts particuliers (Lee a, Maeng et al. 2003). Des interfaces résistantes sont nécessaires pour obtenir de bonnes propriétés de rigidité et de résistance mécanique par le biais de transfert de charge. Ces tendances sont appuyés par les travaux de (Da Silva 1990) qui a mis en évidence, expérimentalement, l'influence de la résistance interfaciale sur le comportement macroscopique des composites Al/SiC. L'auteur constate une augmentation significative de la déformation à rupture pour les interfaces fragiles au détriment d'une diminution de la limite d'élasticité (Figure 12).

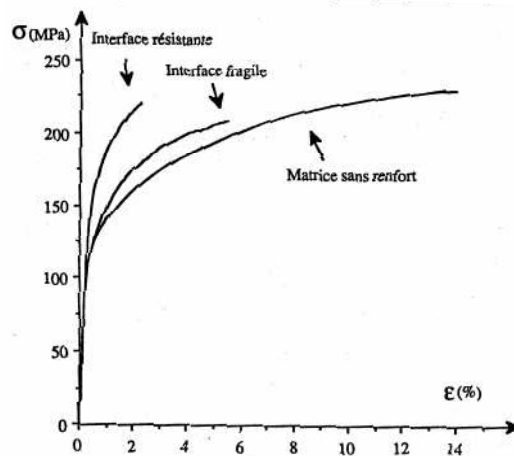


Figure 12 : effet de la résistance d'interface dans un composite Al/SiC (Da Silva 1990).

Influence du traitement thermomécanique

La mise en forme des CMM à renforts particuliers peut entraîner une orientation préférentielle des renforts (Figure 13). Cette anisotropie d'orientation peut affecter considérablement le comportement global des composites : les propriétés de traction sont généralement plus élevées

lorsque le composite est sollicité selon la direction longitudinale (Figure 14) qui correspond à la direction privilégiée des particules (Mcdanels 1985), (Ling . Gupta et al. 1999; Ganesh and Chawla 2005).

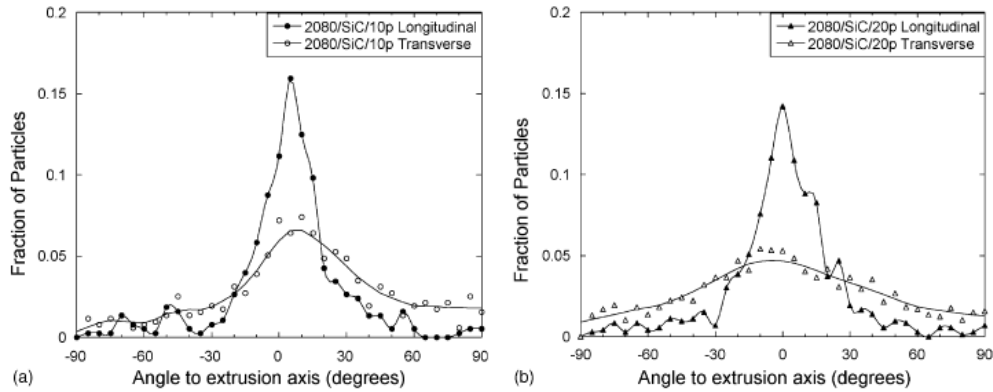


Figure 13 : Distribution d'orientations de particules SiC par rapport aux axes d'extrusion (longitudinal et transversal) : (a) 2080/10% SiC, (b) 2080/20% (Ganesh and Chawla 2005)

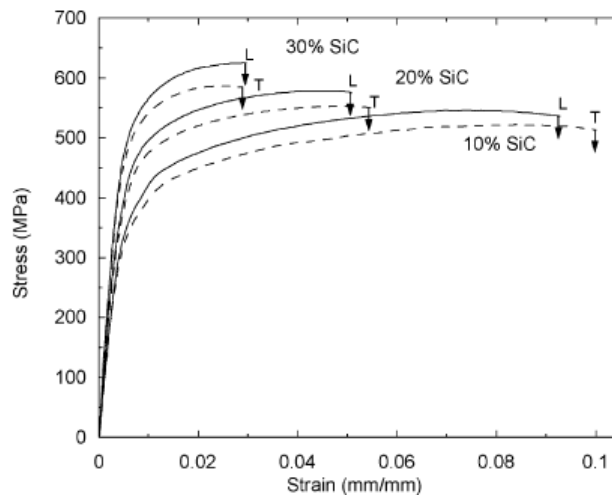


Figure 14 : Courbes de traction selon l'axe longitudinal (L) et transversal (T) de composites extrudés 2080/SiC pour $f_v=10\%$, 20% ou 30% SiC (Ganesh and Chawla 2005).

Le traitement thermomécanique contribue également à l'amélioration de l'homogénéité de la microstructure et la réduction de la porosité dans le matériau et conduit par conséquent à une augmentation significative des propriétés mécaniques, tel que l'observe expérimentalement (Ling . Gupta et al. 1999). Dans le cas de composites laminés, (Lee and Subramanian 1995) montre qu'un traitement de laminage à chaud conduit à de meilleures propriétés en traction qu'un laminage à froid étant donné que ce dernier induit un endommagement plus important dans le matériau.

I.2.1.3. Autres types de chargement

La majorité des travaux sur le comportement mécanique des MMC, portent sur des sollicitations de traction uniaxiale, ou de traction/compression quasi-statique. Ainsi les CMM présentent généralement une meilleure tenue en fatigue par rapport à la matrice seule au détriment d'une dégradation significative de la ténacité (K_{IC}) à cause de la présence des particules fragiles. (Bacon, Edwards et al. 2013) ont mesuré, à l'aide d'une éprouvette CT, une ténacité de l'acier inox 316L renforcé par 25% des particules TiB_2 de $30MPa\sqrt{m}$. Cette valeur, bien qu'elle soit nettement inférieure à celle de l'acier 316L seul, reste adéquate pour de nombreuses applications d'ingénierie.

Très peu de travaux portent sur le comportement mécanique des MMC sur des trajets de chargement plus complexes.

(Li, Ramesh et al. 2004) ont étudié le comportement dynamique en cisaillement des composites Al359/SiC à grandes vitesses de déformations (variant de $260 s^{-1}$ à $1600 s^{-1}$) et ont mis en évidence un durcissement significatif (de 45%) et une baisse de ductilité du composite par rapport à l'alliage non renforcé malgré une déformation plastique relativement importante (>5%) avant rupture. La déformation à rupture des composites augmente avec la vitesse de sollicitation et elle est supérieure à celle en atteinte en traction (quasi statique et dynamique).

I.2.2. Endommagement des CMMP

I.2.2.1. Introduction

L'endommagement des matériaux ductiles en traction correspond généralement à la formation de microcavités qui vont croître puis coalescer, conduisant ainsi à la rupture finale du matériau.

Ainsi, trois mécanismes ont été observés lors du processus d'endommagement dans le cadre des chargements monotones :

- **L'amorçage** qui correspond à l'apparition de cavités
- **La croissance (propagation)** au cours de la quelle le volume des cavités augmente
- **La rupture** qui correspond à l'apparition de macrocavités ou de fissures macroscopiques

Ces différents mécanismes peuvent être corrélés à la réponse macroscopique du matériau lors d'une sollicitation mécanique. En effet, à fur et à mesure que le matériau se déforme plastiquement, ses propriétés mécaniques sont affaiblies localement ou globalement par la création de l'endommagement. On parle ainsi de couplage endommagement /plasticité. Ceci peut s'illustrer par la réponse schématique obtenue sur courbe contrainte déformation, représentée sur la Figure 15.

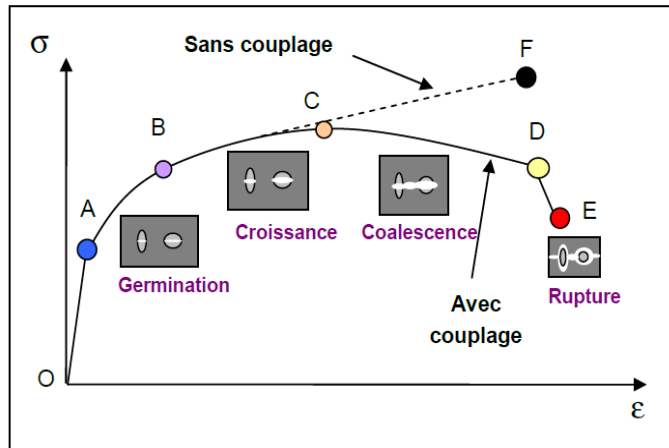


Figure 15 : Réponse schématique contrainte-déformation d'une éprouvette axisymétrique en traction simple (Mariage 2003)

La présente étude porte essentiellement sur la phase d'amorçage de l'endommagement, et plus particulièrement, aux mécanismes d'initiation de l'endommagement dans les CMMP, ainsi que leur dépendance aux différents paramètres morphologiques et à la nature de la sollicitation.

I.2.2.2. Mécanismes d'amorçage

Les sites de nucléation de l'endommagement sont des zones de concentration de contraintes ou de déformations entraînant l'apparition de surfaces libres. Suivant les caractéristiques du système renfort-matrice (loi de comportement des deux matériaux, forme de renforts, résistance de l'interface) et de la sollicitation imposée, l'amorçage de l'endommagement peut se produire a priori dans la particule, dans la matrice ou encore à l'interface des deux phases (Montheillet and Moussy 1986).

Rupture de la particule

On considère généralement que la rupture d'une inclusion fragile est générée par les contraintes créées dans les particules, dues à un transfert de charge à partir de la matrice au cours de la déformation. Dans le cas des CMM, de nombreux auteurs ont observés ce mode d'endommagement (Lloyd 1990)(Brechet, Embry et al. 1991; Buffiere, Maire et al. 1997).

Récemment, (Bacon, Edwards et al. 2013) ont observé la rupture des particules TiB_2 sur le faciès de rupture en fatigue d'un acier inox 316L renforcé par 25% de particules TiB_2 et élaboré par métallurgie des poudres, avec des sites d'initiation très souvent multiples, comme indiqué sur la Figure 16. Toutefois (Yang and Sinclair 2003) montre que l'endommagement en fatigue d'un composite Fe- TiB_2 contenant une $f_v=15\%$ en particules, est initié par décohésions des interfaces matrice/particule.

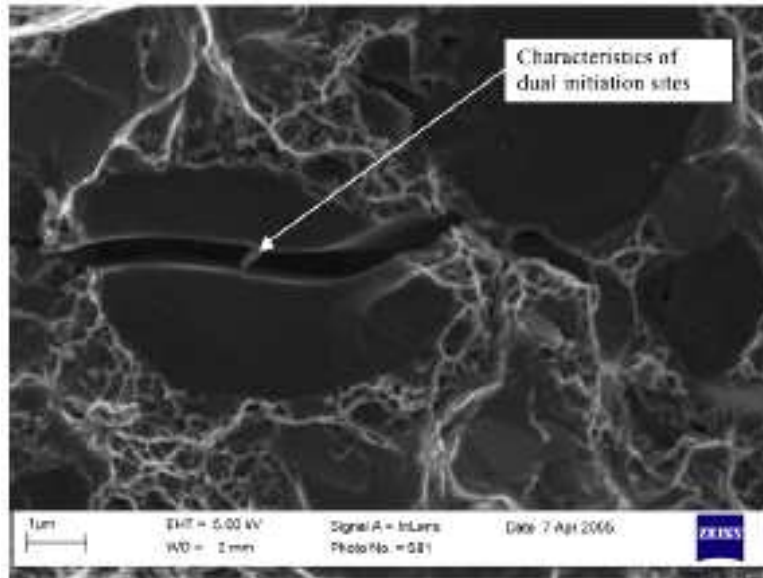


Figure 16 : Faciès de rupture en fatigue d'un composite 316L/ 25% TiB_2 pour $\Delta K > 15 \text{ MPa}\sqrt{m}$ (Bacon, Edwards et al. 2013)

Décohésion de l'interface

Certains composites présentent des décohésions de l'interface particule-matrice. Lors d'une décohésion sous l'effet d'une contrainte normale à l'interface, une cavitation est généralement observée au niveau de l'interface. Ce mode d'endommagement est particulièrement observé lorsque la tenue de l'interface particule/matrice est faible dans les zones riches en renforts (Wang, Wu et al. 2007) et semble être favorisé sur des particules qui présentent des surface plate orientées perpendiculairement à l'axe de traction (Whitehouse and Clyne 1993). Dans certains cas, le traitement thermomécanique (extrusion, laminage..) provoque la création de porosités qui apparaît préférentiellement sur les coins de particules anguleuses (Borbély, Csikor et al. 2004).

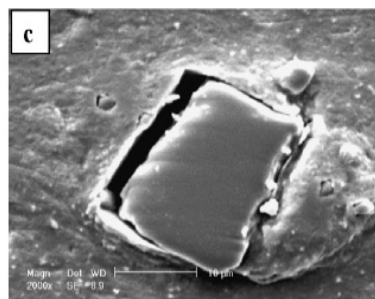


Figure 17 : Décohésion de l'interface du composite Al/10 vol.% SiC en traction après 7 cycles de laminage selon un processus « ARB » (Accumulative Roll Bonding) (Jamaati, Amir Khanlou et al. 2011)

Fissuration de la matrice

Dans les CMM, ce mode d'endommagement est moins fréquent que la rupture des particules. Bien que l'endommagement soit localisé dans la matrice, les particules peuvent jouer un rôle dans l'amorçage. (Kouzeli, Weber et al. 2001) ont observé dans le cas de composites renforcés par plus de 40% en fraction volumique de renforts des fissures matricielles qui semblent s'amorcer dans les régions où la distance inter-particulaires est faible. Dans ces zones, la proximité entre les particules génère un fort champ de contraintes et une triaxialité élevée source d'endommagement précoce dans la matrice.

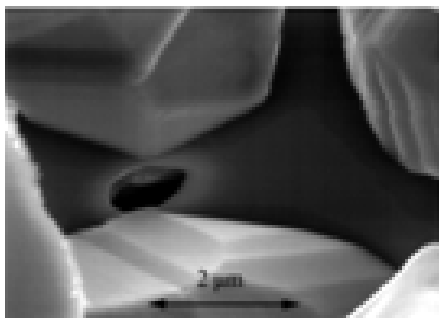


Figure 18 : Illustration de l'initiation de l'endommagement par cavitation de la matrice en traction simple du composite Al/Al₂O₃ (Kouzeli, Weber et al. 2001)

Compétition rupture/décohésion

Le passage d'un processus d'endommagement gouverné par la rupture des particules vers les décohésions d'interfaces peut être réalisé en diminuant **la résistance d'interface** (Ling, Gupta et al. 1999). Lors de leurs travaux, (Da Silva 1990) ont diminué volontairement la résistance de l'interface Al/SiC par modification de l'état de surface des renforts (oxydation des SiC). Les auteurs observent alors des décohésions pour les interfaces fragiles et des ruptures de particules pour les interfaces résistantes. Numériquement, (Su, Chen et al. 1999) et (Lee a, Maeng et al. 2003) ont corroboré cette tendance. Par ailleurs, (Williams, Flom et al. 2010), affirment que les mécanismes d'endommagement des CMM dépendent fortement du rapport entre la résistance de l'interface particule/ matrice et de celle des particules. Les auteurs proposent que la particule casse avant l'interface si la résistance de l'interface est supérieure à celle de la particule (cette situation est particulièrement observée dans le cas des matériaux extrudés ou élaborés par métallurgie de poudres), les cavités naissent et se propagent à partir de l'interface dans le cas inverse.

A résistance d'interface égale, les principaux paramètres agissant sur cette transition sont la **nature de la matrice** et la **taille de renforts**.

Les caractéristiques mécaniques de la matrice jouent un rôle capital dans le mode d'endommagement principal des CMM. Une plus grande ductilité de la matrice et une plus faible limite d'élasticité favorise un endommagement par décohésion aux dépens du phénomène de rupture de particules. Expérimentalement, (Babout, Brechet et al. 2004) ont observé, à partir de l'analyse par tomographie X, un endommagement préférentiel par décohésions de l'interface dans le cas d'une

matrice Al pure dite « molle », et par ruptures de particules ZrO_2/SiO_2 pour une matrice revenue Al2124 dite « dure » (Figure 19).

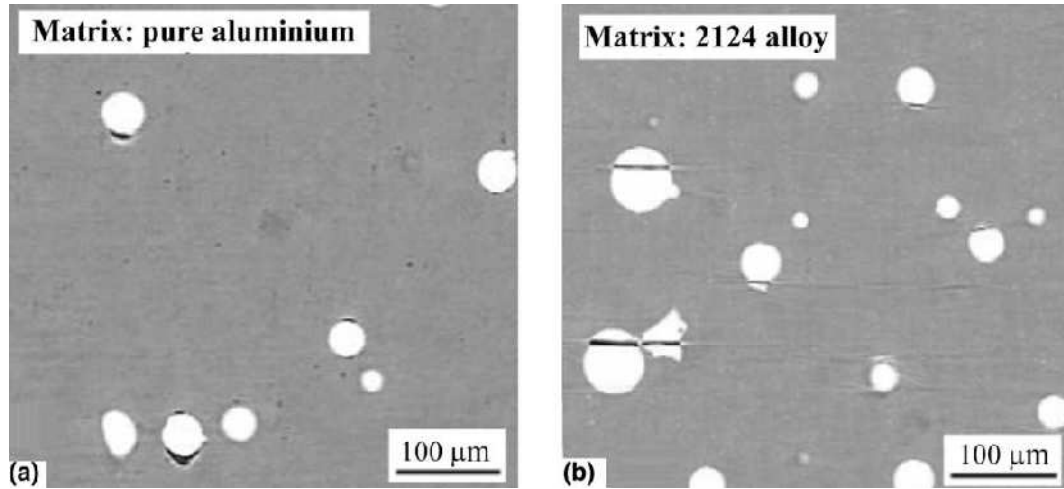


Figure 19 : Images obtenues par tomographie X lors d'essais de traction in situ pour différents composites (a) Al+4% ZrO_2/SiO_2 pour $\epsilon_p=0,275$ et (b) Al2124(T6) +4% ZrO_2/SiO_2 pour $\epsilon_p= 0,088$ (Babout, Brechet et al. 2004)

D'une manière générale, les mécanismes d'endommagement fluctuent selon la taille de renforts : Les composites avec des particules de taille importante voient leurs modes de rupture gouvernés principalement par les renforts. Ces résultats sont confirmés expérimentalement par les travaux (Carmona 2009) et de (Da Silva 1990) sur les CMAI et corroborés qualitativement par (Llorca 1995). (Tee, Lu et al. 1999) a signalé l'absence de rupture de particules sur le faciès de rupture en traction des composites Al-TiB₂ dont la taille de renforts est comprise entre 1 et 3µm.

I.2.2.3. Mesures d'endommagement

Plusieurs méthodes ont été utilisées pour étudier expérimentalement l'endommagement des matériaux hétérogènes et son évolution jusqu'à rupture globale. Elles ont souvent servi à détecter les conditions d'apparition et à établir des lois d'évolution de l'endommagement qui puissent être intégrées dans une modélisation du comportement global du matériau. Ces méthodes sont classées en deux catégories :

- les méthodes locales qui donnent une évolution micro ou mésoscopique de l'endommagement,
- les méthodes globales qui donnent une évolution macroscopique de l'évolution de l'endommagement.

I.2.2.3.1. Méthodes locales

Les outils classiques utilisés pour recenser les modes d'endommagement sont les différentes microscopies : optique ou électronique à balayage. Elles permettent de visualiser les premiers signes observables d'endommagement comme les micro-cavités ou les micro-fissures. Elles sont mises en œuvre soit de manière ex situ (destructive) (Brechet, Embry et al. 1991; Zhao, Tuler et al. 1994) (coupe et polissage des échantillons à différents états de déformation) soit de façon in situ avec

dépôt de grilles (Thebaud 1993) (Maire, Verdu et al. 1995). Bien que permettant une observation précise des microstructures, ces méthodes présentent certaines limitations liées aux éventuels artefacts induits par le nécessaire polissage des surfaces et la difficulté de réaliser ces mesures au cœur du matériau où l'état de contrainte diffère nécessairement de celui en surface.

De développement plus récent, et issue de la tomographie à usage médical, la tomographie X pour la caractérisation des matériaux (Salvo, Cloetens et al. 2003) est une technique non destructive qui permet d'accéder à une caractérisation volumique des cavités dans le matériau. Le principe de cette technique est présenté en détail dans le chapitre II. Comme pour les essais en microscopie, le suivi de l'évolution de l'endommagement peut être réalisé de manière interrompue (démontage et observation de l'éprouvette après chaque incrément de sollicitation) (Buffiere, Maire et al. 1997; Williams, Flom et al. 2010) ou en continu, grâce à une machine de traction/compression adaptée au fonctionnement sous rayons X (Grenier 2004) (Babout, Maire et al. 2004).

I.2.2.3.2. Méthodes globales

L'évolution de la densité du matériau donne une indication moyenne et macroscopique du taux d'endommagement instantané sous forme de cavités. (Whitehouse and Clyne 1993) ont ainsi étudié la formation de cavités pendant la traction de composites à matrice métallique aluminium renforcés par des particules d'alumine, en utilisant des mesures de densité et des observations microstructurales par MEB sur surface électro-polies.

Les mesures de perte de module mécanique (Lloyd 1991; Prangnell, Downes et al. 1994) ont permis également de quantifier l'endommagement dans la direction de traction (Corbin, Wilkinson et al. 1996) ont mesuré l'évolution de l'endommagement au cours de la déformation plastique à l'aide de la chute du module d'Young. Afin d'éviter différents problèmes inhérents à cette méthode (précisions de mesure de la pente, matériau de référence, non linéarité des courbes de décharge,...) ils ont effectué des cyclages charge-décharge dans le domaine élastique à chaque prédéformation.

L'émission acoustique permet de détecter des événements suffisamment brefs et énergétiques pour produire une onde acoustique et ainsi de quantifier les mécanismes d'endommagement (la nucléation de l'endommagement en l'occurrence) si le signal a été préalablement identifié (Carmona 2009). (Mocellin, Fougères et al. 1993) ont montré, dans le cas d'un alliage Al-Si-Fe, qu'un changement d'activité acoustique coïncidait avec le début de la phase d'endommagement par rupture des particules de silicium observées lors d'un essai in situ au MEB.

I.2.2.4. Influence des paramètres microstructuraux des renforts sur l'apparition de l'endommagement

Une apparition plus précoce des événements d'endommagement avec l'augmentation de la taille, du facteur d'aspect, l'hétérogénéité de répartition et la fraction volumique des renforts a été observée.

La résistance des particules diminue avec l'augmentation de leur **taille** et leurs **rapport d'aspect** ce qui les rend plus susceptibles de casser lors d'une sollicitation mécanique (Llorca 1995). Cet aspect

qualitatif a été soutenu expérimentalement par plusieurs auteurs (Carmona 2009), (Da Silva 1990). Les analyses d'endommagement effectuées par (Williams, Flom et al. 2010), (Buffiere, Maire et al. 1997) et (Maire, Verdu et al. 1995) à partir des mesures par tomographie X ont montré que la probabilité de rupture des particules SiC augmente avec leurs tailles et leurs rapports d'aspect. De même, Lloyd (Lloyd 1990) a examiné l'évolution de la distribution de taille de particules cassées avec la déformation en traction de composites Al6061-10% SiC et a montré que les distributions de tailles de particules reportées à différentes amplitudes de déformation (Figure 20) présentent toutes un pic correspondant à une taille de particules cassées supérieure à la taille moyenne de la population de particules et qu'au fil de la déformation, cette distribution tend à se déplacer vers les petites valeurs en taille de particules. Par ailleurs, l'effet de taille de renforts sur l'apparition de l'endommagement semble plus important pour les ruptures que pour les décohésions (Babout, Maire et al. 2004).

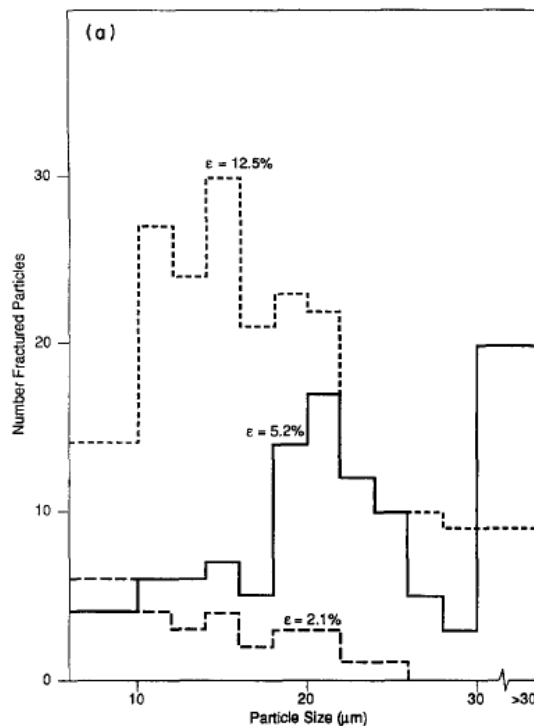


Figure 20 : Distribution de taille de particules cassées, tracées pour différentes déformations ($\epsilon = 2,1\%$; $5,2\%$ et $12,5\%$), lors d'essai de traction d'un composite 6061-10% vol. SiC (Lloyd 1990)

Les contraintes dans la particule sont plus importantes dans les zones localement riches en renforts (Maire, Verdu et al. 1995) (Llorca 1995). Dès lors, une mauvaise **homogénéité de répartition** tend à rendre plus précoce l'apparition des événements d'endommagement à partir des amas de renforts.

Le taux d'accumulation d'endommagement augmente avec la fraction volumique de renforts, comme le montre l'analyse quantitative effectuée par (Lloyd) pour les composites Al6061 renforcée par 10% vol. et 20% vol. de particules SiC (Figure 21). Cette tendance est également appuyée par les travaux de (Da Silva 1990).

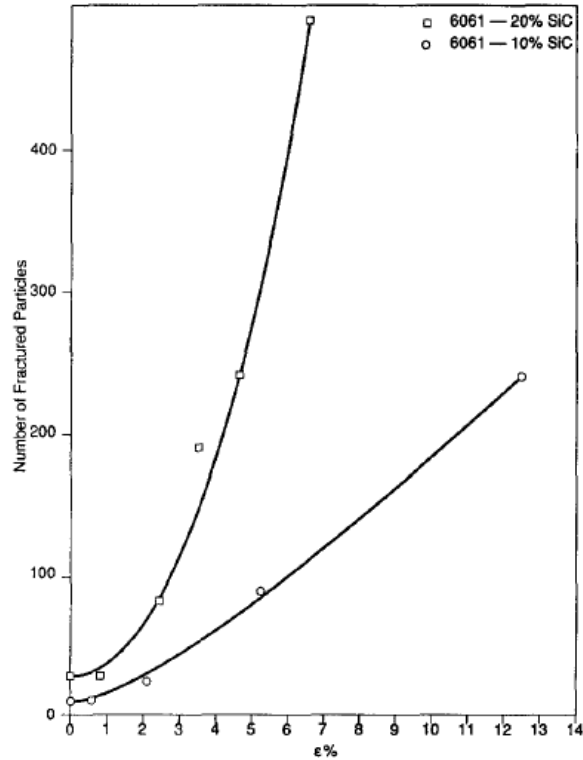


Figure 21 : Influence de f_v sur l'endommagement des particules SiC. Evolution avec la déformation de traction du nombre de particules cassées dans deux composite 6061/SiC renforcés par 10% et 20% f_v SiC (Lloyd 1990).

L'état d'écrouissage de la matrice influence l'apparition et l'accumulation de l'endommagement. Ceci est appuyé expérimentalement par l'analyse quantitative de (Babou, Maire et al. 2004) qui observe un taux d'endommagement plus élevé dans le cas d'une matrice Al durcie, comparé au cas d'une matrice « molle » Al et par les mesures de l'évolution du module d'Young avec la déformation de traction effectuées par (Corbin and Wilkinson 1994) qui mettent en évidence une chute plus importante du module relatif E_p/E_i (normalisé par le module initial) pour les matrices les plus durcies par le traitement thermique.

I.3. Comportement en cisaillement simple et à grandes déformations de matériaux à base ferritiques

I.3.1. Intérêt de l'essai de cisaillement simple

L'essai de traction est l'essai classique de caractérisation du comportement mécanique. Cet essai permet d'avoir accès aux principales caractéristiques mécaniques usuelles : module d'Young, limite d'élasticité, allongement à rupture, caractère ductile ou fragile du matériau. Cependant les déformations atteintes en traction sont souvent limitées par les phénomènes de localisation qui mènent à la striction, notamment dans le cas de tôles minces. De plus, l'analyse du comportement en chargement complexe nécessite d'autres types d'essais mécaniques.

L'essai de cisaillement simple permet d'imposer de plus grandes déformations homogènes qu'en traction grâce à l'absence de localisation en général, et se fait sur éprouvettes de géométrie simple (parallélépipède vérifiant certaines conditions géométriques)(Bouvier, Haddadi et al. 2006).

En outre, l'effet Bauschinger et l'écroissage cinématique peuvent être étudiés en inversant le sens de sollicitation (essais de cisaillement « inversés »), ce qui, pour de « grandes » amplitudes de déformations avant inversion (typiquement $\gamma=10$ à 30% où γ est l'amplitude du glissement) permet d'étudier des spécificités de l'écroissage en chargement séquencés.

Par ailleurs, l'essai de cisaillement simple a permis d'étudier expérimentalement l'effet de paramètres microstructuraux (effet de taille de grain et de précipités) sur la nature et l'évolution de l'écroissage en chargement inversé d'aciers monophasés doux de type IF et d'aciers haute résistance de type HSLA (High Strength Low Alloyed) dans le cadre de la thèse de Aouafi (Aouafi 2009).

Dans le cas d'aciers ferritiques « multiphasés », (Gardey, Bouvier et al. 2005) ont étudié les évolutions de microstructure/texture lors d'essais cisaillement d'aciers à très haute limite d'élasticité, de type dual phase (ferrite-martensite).

I.3.2. Comportement en cisaillement simple inversé

I.3.2.1. Effet Bauschinger : définition

L'effet Bauschinger été observé pour a première fois en sollicitation de traction-compression par Johann Bauschinger en 1881(Bauschinger, 1881). Après une déformation plastique en traction, la limite d'élasticité en compression est généralement inférieure en valeur absolue à la contrainte de traction atteinte avant l'inversion du sens de chargement (Figure 22). Cette asymétrie du comportement est désignée par l'effet Bauschinger et se manifeste également pour des essais de cisaillement simple lorsque le sens de cisaillement est inversé après une prédéformation plastique.

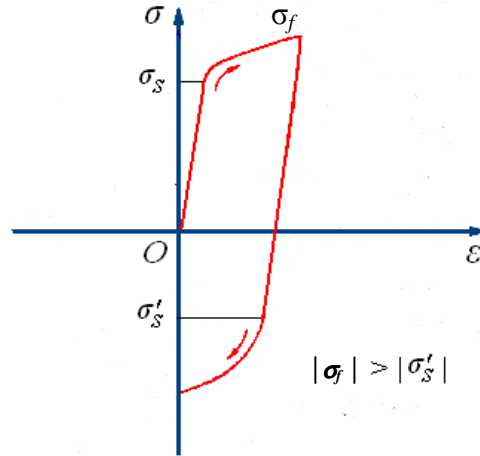


Figure 22 : Courbe schématique contrainte-déformation pour un chargement inversé montrant l'asymétrie de comportement désignée par l'effet Bauschinger.

Plusieurs « indicateurs Bauschinger », ont été présentés dans la littérature en termes de contraintes, de déformations e/ou d'énergies dans le but de quantifier cet effet, et sont détaillés dans (Aouafi, 2009). Le plus classique est le « backstress X », qui est utilisé lors de cette étude. Ce paramètre permet de quantifier la part associée aux contraintes « internes » dans la contrainte d'écoulement plastique et il est déterminé par la différence entre la contrainte d'écoulement avant l'inversion du sens de sollicitation et la limite d'écoulement du deuxième chargement (cf. Figure 22).

$$X = \frac{\sigma_f - |\sigma'_s|}{2} \quad (1)$$

Il est important de noter que la valeur de X dépend de l'offset défini pour apprécier la transition élastoplastique (Aouafi 2009).

I.3.2.2. Régime transitoire et adoucissement

Après l'inversion du sens de chargement et la manifestation de l'effet Bauschinger, l'écroûissage en chargement inversé peut présenter des spécificités par rapport au comportement en chargement monotone, comme un régime transitoire (« adoucissement transitoire ») plus ou moins important selon le matériau et décelable après de grandes amplitudes de prédéformation, non accessibles lors d'essais standards de type traction. Ce régime est suivi ou non d'un adoucissement « permanent ».

Le régime transitoire correspond à une stagnation de l'écroûissage donnant lieu à un plateau de contrainte dont la taille augmente avec l'amplitude de prédéformation, comme illustré sur la Figure 23. Ce type de comportement a été observé dans le cas des aciers IF de différentes tailles de grain (Aouafi2009) et des aciers dual phase (Gardey, Bouvier et al. 2005).

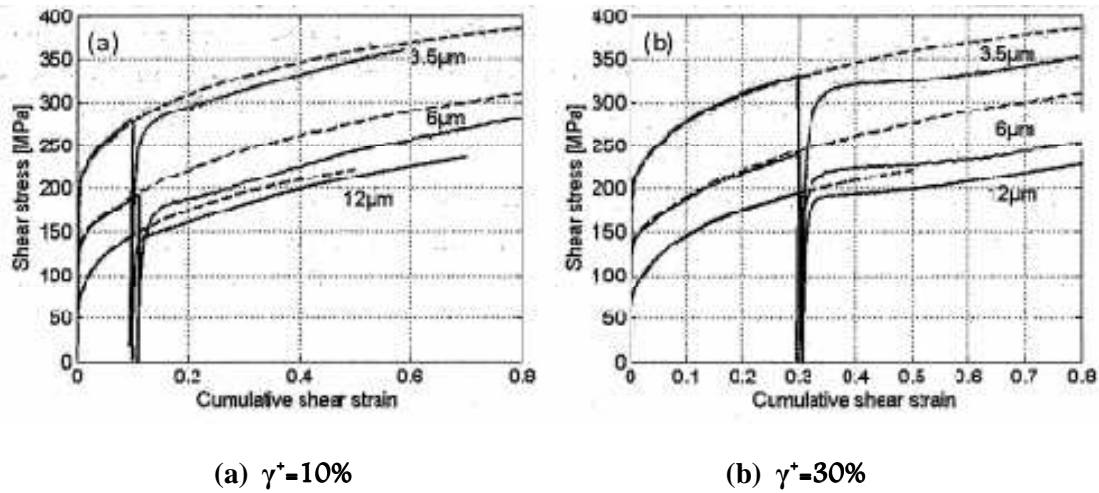


Figure 23 : Courbes contraintes-déformations cumulées d'aciers ferritiques monophasés IF de différentes tailles de grain en chargement monotone et inversé avec (a) 10% et (b) 30% de prédéformation en cisaillement (Aouafi 2009). Les courbes en pointillé correspondent au cisaillement monotone.

D'un point de vue microscopique, le régime transitoire de l'écroûissage a été attribué dans le cas des aciers IF à l'évolution des structures de dislocations au cours du chargement inverse (Nesterova, Bacroix et al. 2001). En effet, lors du premier chargement des parois de dislocations se forment parallèlement à la direction de cisaillement (Figure 24). Après inversion du sens de sollicitation, les mêmes systèmes de glissement activés lors du premier trajet restent actifs dans le sens opposé, ce qui conduit à une dissolution partielle ou totale par annihilation des dislocations et une nouvelle structure de dislocations typique du nouveau chargement se forme. Cette nouvelle structure présente des parois courtes plus diffuses qui s'arrêtent brutalement dans le grain (Nesterova, Bacroix et al. 2001). L'organisation de dislocations en parois en chargement monotone et inversé dépend de la texture cristallographique locale du matériau.

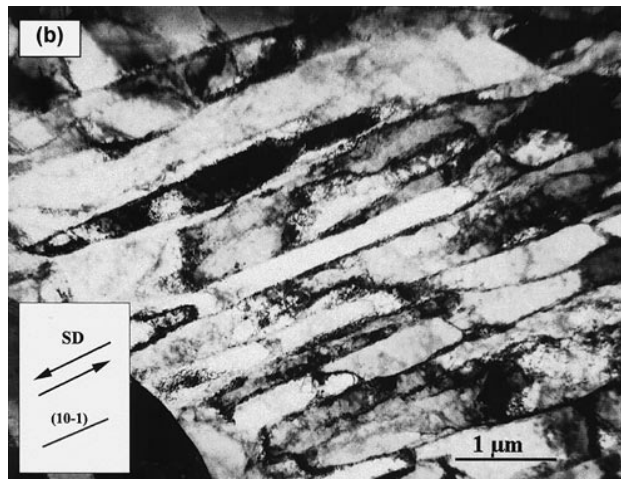


Figure 24 : Microstructure MET typique des grains de la fibre γ de l'acier IF après 60% de déformation de cisaillement simple monotone (Nesterova, Bacroix et al. 2001)

I.4. Synthèse des travaux sur les composites Fe-TiB₂ dans le contexte de l'étude

Dans le cadre du projet ANR ADRERA, dans lequel s'inscrit ce travail, des travaux préliminaires de caractérisation mécanique et microstructurale de premières nuances de composites Fe-TiB₂ fournies par ArcelorMittal avaient été effectués en 2007 et 2009 au LSPM, et, parallèlement à la présente étude, d'autres travaux ont été menés au sein des équipes partenaires du projet sur des aspects complémentaires. Une brève synthèse des principaux résultats liés aux objectifs de la présente étude est présentée ici.

I.4.1. Essais de cisaillement simple exploratoires

Afin de tester le comportement de ces nouveaux composites lors d'essais mécaniques d'intérêt pour la mise en forme, des essais de cisaillement simple et inversé ont été effectués sur différents lots de composites Fe-TiB₂ laminés à chaud, avec ou sans traitement de globalisation, correspondant à une phase de mise au point par le fournisseur de l'optimisation du contrôle des microstructures. Compte-tenu de la capacité du dispositif de cisaillement utilisé au LSPM et de l'épaisseur des échantillons, les déformations équivalentes maximales obtenues en cisaillement monotone étaient limitées à 30%. La Figure 25 illustre les courbes contrainte-déformation obtenues. Elles ont permis de mettre en évidence la capacité d'érouissage en cisaillement des composites, une faible anisotropie en contraintes selon que la direction de cisaillement était DL ou DT, et l'existence d'un effet Bauschinger et de stagnation d'érouissage en chargement inversé (Figure 26). Les observations qualitatives de microstructures en MEB avant et après essai ont montré l'hétérogénéité des microstructures de TiB₂ avec une présence importante d'amas de particules. Quelques observations d'endommagement ont également été effectuées, suggérant une tendance à la rupture de particules et de fragmentation d'amas de particules (Figure 27).

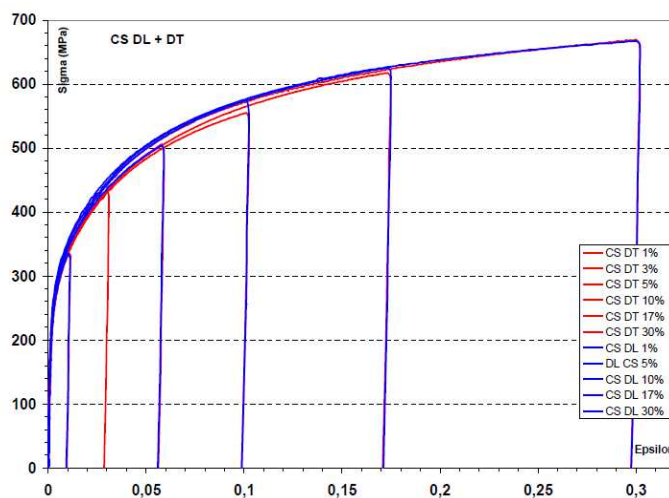


Figure 25 : Comparaison des courbes contrainte équivalente-déformation équivalente en cisaillement simple monotone selon DL et DT de composites Fe-TiB₂ (Courleux and Gaspérini 2007)

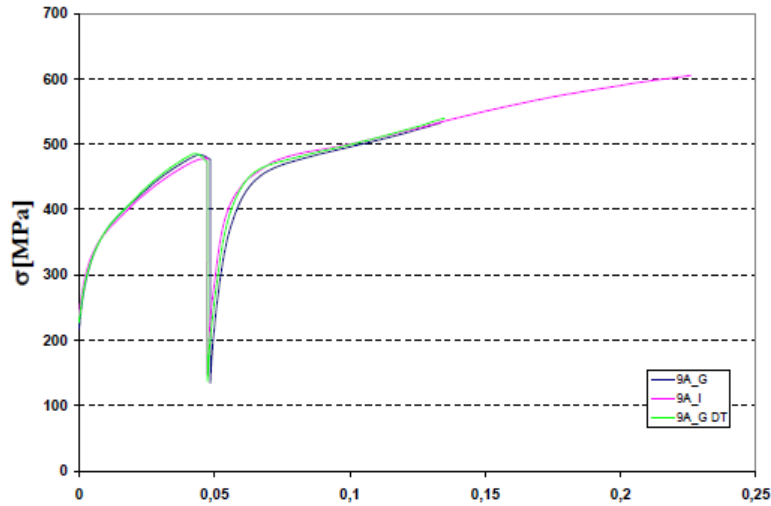


Figure 26 : Courbes contrainte équivalente-déformation cumulée de composites Fe-TiB₂ encisaillement inversé selon DL et DT avec une prédéformation équivalente de 5% (Schulz and Gaspérini 2009)

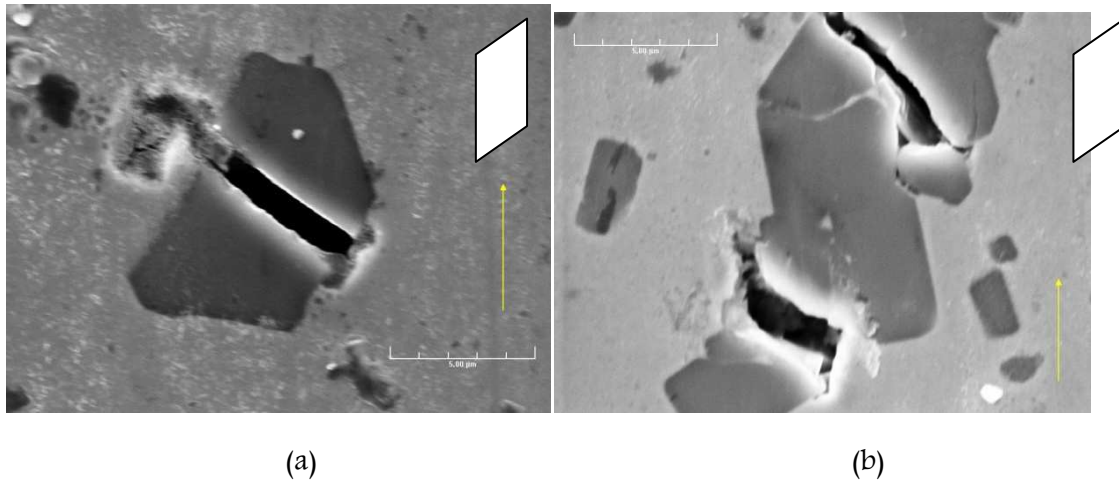


Figure 27 : Endommagement par rupture (a) de particule ou (b) d'amas de après cisaillement monotone $\bar{\epsilon} = 17\%$. Observation dans le plan de normale DL. La flèche indique la direction de cisaillement.

I.4.2. Structure de l'interface matrice - renfort

✱ Des investigations très récentes en microscopie électronique à transmission haute résolution de la structure des interfaces du composite Fe-TiB₂ ont été menées par (Cha, Lartigue-Korinek et al. 2012). Elles montrent une bonne cohésion de l'interface Fe/TiB₂ qui résulte de la continuité des plans atomiques des deux phases de chaque côté de l'interface (Figure 28) d'une part, et de l'absence de phases fragilisantes de type oxydes ou borures non stœchiométriques d'autre part.

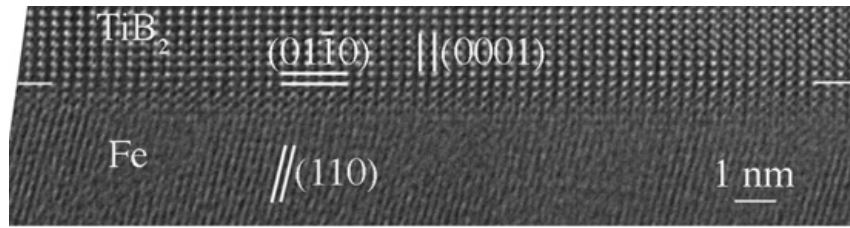


Figure 28 : Interface Fe/TiB₂. Plan d'interface parallèle au plan prismatique (01-10) (Cha, Lartigue-Korinek et al. 2012)

Par ailleurs les auteurs ont mis en évidence la présence de fins précipités de TiC le long de plans basal (0001) du TiB₂ avec des relations d'orientations préférentielles et un très faible désaccord (de l'ordre de 1%) dans le plan de l'interface (Figure 29). Les précipités TiC ont été également aperçus dans la matrice est aux joints de grains de la matrice ferritique.

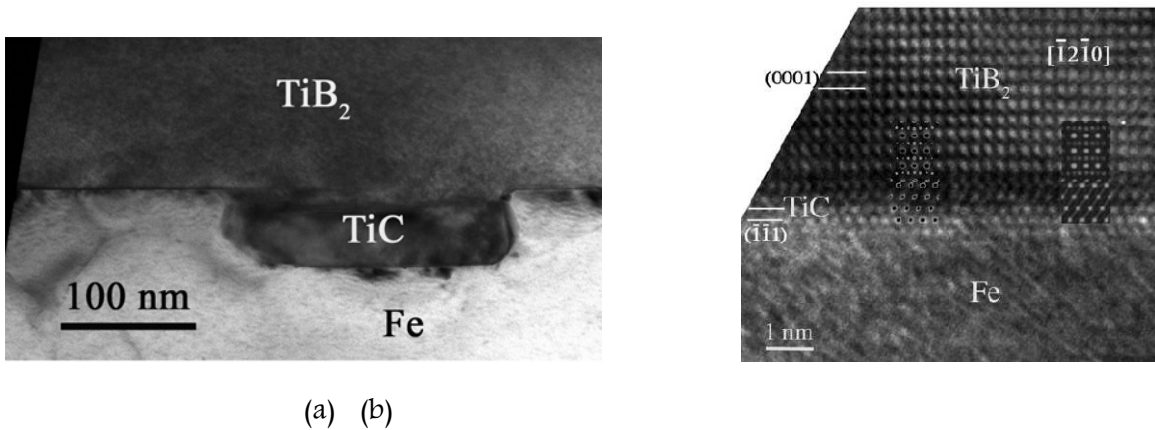


Figure 29 : (a) image MET en champ clair qui montre une « plaquette » de TiC le long du plan basal d'un précipité TiB₂ (b) Image MET haute résolution montrant la structure atomique du plan basal du TiB₂ et la présence de trois plans atomique du type (111) du TiC dans le plan de l'interface (Cha, Lartigue-Korinek et al. 2012).

I.4.3. Fissuration et rupture en flexion

✱ La propagation de fissures dans des composites Fe-TiB₂ a été étudiée par (Hadjem-Hamouche, Chevalier et al. 2012) à l'aide d'essais de flexion 3 points in situ dans le MEB sur éprouvettes entaillées menés jusqu'à rupture. Les auteurs ont montré que le mode d'endommagement prépondérant de ces composites est la rupture des particules TiB₂ tel que le montre le faciès de rupture de la Figure 30.

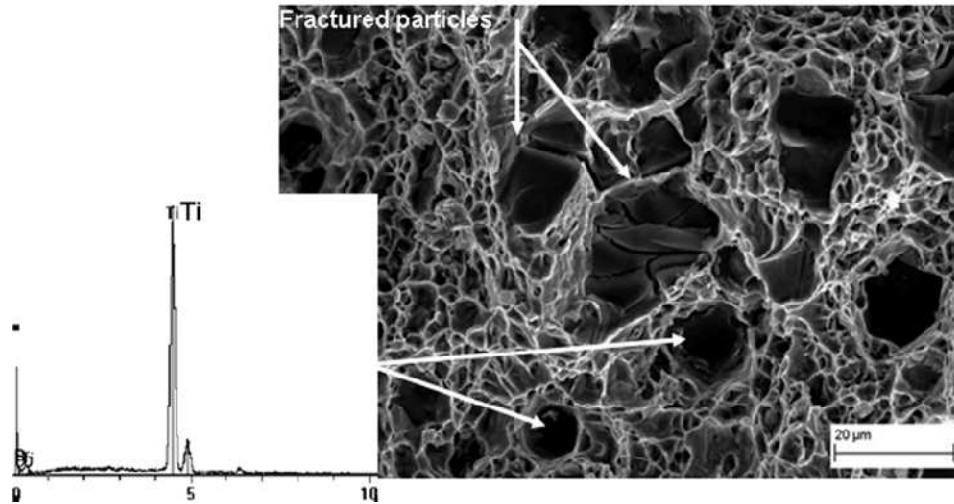


Figure 30 : Faciès de rupture des composites Fe-TiB₂ en flexion 3points (Hadjem-Hamouche, Chevalier et al. 2012)

Le chemin de fissuration macroscopique, initié par la traversée de particules rompues s'accompagne d'un endommagement important dans la matrice (déchirure de ligament) pouvant conduire à une progression « évitant » des particules TiB₂ (Figure 31). Ce mode de rupture est cohérent avec celui observé en fatigue par (Yang and Sinclair 2003) sur des composites Fe-TiB₂ élaborés par métallurgie de poudres.

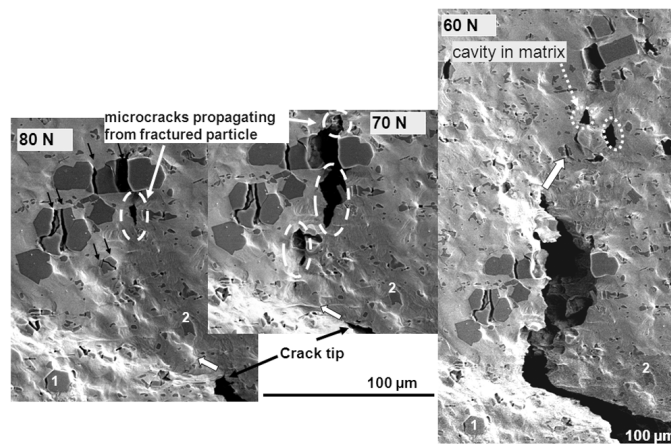


Figure 31 :Chemin de propagation de fissures dans le composite Fe-TiB₂ en flexion 3 points (Hadjem-Hamouche, Chevalier et al. 2012).

Conclusion

Ce premier chapitre a permis de recenser les principales caractéristiques des composites à matrice métallique et à renforts particuliers. L'amélioration des propriétés mécaniques apportée par l'ajout de renforts s'accompagne d'une réduction de ductilité de ces matériaux et de l'augmentation de l'endommagement. Le comportement mécanique des composites dépend de différents paramètres microstructuraux qui sont essentiellement la morphologie et la teneur de renforts, la nature de la matrice et de sollicitation. Les travaux de la littérature concernent principalement des composites base Al, les composites base acier étant de développement beaucoup plus récent,

notamment dans le cas du système Fe-TiB₂. La compréhension du comportement mécanique de ces nouveaux composites en liaison avec leur évolution microstructurale constitue donc une étape essentielle pour l'optimisation de leur élaboration d'une part, et pour établir des lois de comportement fiables d'autre part, afin de prévoir notamment leurs performances en mise en forme, ce qui nécessite des caractérisations expérimentales jusqu'à de grandes déformations plastiques cumulées. Compte-tenu des travaux préliminaires réalisés sur ces matériaux, et du besoin de constituer des bases de données, pour l'instant inexistantes, pour alimenter et valider différentes approches de modélisation, l'approfondissement de l'analyse de leur comportement à partir d'essais de cisaillement simple et d'essais mécaniques in-situ est développé dans les prochains chapitres. De plus, les investigations microstructurales associées sur ces matériaux hétérogènes à matrice ductile et renforts fragiles concernent un cas intéressant de plasticité couplée à l'endommagement, ce qui reste relativement peu étudié dans la littérature.

Chapitre II.

Matériaux et techniques expérimentales

Introduction

La première partie de ce chapitre est consacrée à la présentation des matériaux étudiés dans la thèse : les composites Fe-TiB₂ ainsi que des aciers proches de la matrice des composites.

Les différentes techniques expérimentales utilisées dans cette étude pour caractériser le comportement mécanique et réaliser les investigations microstructurales sont détaillées dans la deuxième partie du chapitre.

II.1. Matériaux

Les principaux matériaux de cette étude sont des composites à matrice acier et de renforts particuliers de diborure de titane TiB_2 . Deux aciers ferritiques de composition analogue à celle de la matrice des composites ont également été considérés.

II.1.1. Composites Fe- TiB_2

II.1.1.1. Composition chimique

Les composites étudiés se composent d'une matrice ferritique renforcée par une fraction volumique de 11% de particules céramiques TiB_2 . Trois nuances de composites, nommées A, B et C sont fournies par ArcelorMittal sous formes de portions de tôles ou d'éprouvettes toutes issues de la même coulée (coulée 255), dont la composition est donnée par le Tableau 3.

Ces trois nuances de Fe- TiB_2 ont une même population de particules et diffèrent uniquement par le traitement thermomécanique final conduisant à des tailles de grain différentes de la matrice (cf. ci après).

Selon une analyse réalisée par ArcelorMittal, le titane se trouve en partie en solution solide dans la matrice (0,743 %massique), le reste précipite avec les atomes de bore pour former le TiB_2 après solidification.

Tableau 3 : composition chimique de la matrice des composites

Eléments chimiques	C	S	Al	Cr	Mn	Ni	Si	Ti	B	P
% m (10^{-3})	40	0	70	60	90	40	170	5400	2110	10

II.1.1.2. Chemin thermomécanique

Les composites Fe- TiB_2 sont produits via le procédé de coulée continue avec la précipitation in-situ de particules céramiques lors de la solidification par réaction eutectique.

Industriellement, le composite A à petits grains est obtenu après un réchauffage à 1250°C et un laminage à chaud pendant 30 min dans un train de laminoir du brut de coulée d'épaisseur initiale voisine de 40mm. La température de fin de laminage est de 900°C et la tôle est refroidie à l'air libre.

En effet, réchauffer le métal permet l'obtention d'une microstructure austénitique de taille de grain homogène mais aussi la remise en solution complète des éléments métalliques. Ensuite le laminage à chaud va écrouir le métal. Pour cette étape, tout d'abord le train degrossisseur permet de réduire l'épaisseur de la brame d'acier tout en affinant la structure austénitique, puis le train de laminoir finisseur permet d'obtenir l'épaisseur de la bande voulue. Pour ce composite, l'épaisseur de la tôle à

chaud varie entre 2 et 3 mm, en fonction de l'épaisseur initiale du lingot de brut de coulée (voir Tableau 4).

A partir de cette nuance à petits grains ferritique, deux différents traitements de grossissement de grains sont effectués afin d'obtenir les deux autres nuances à gros grains ferritiques, B et C dont le traitement de recuit est effectué à 850°C pendant 15min et à 900°C pendant 45min respectivement.

La caractérisation mécanique et microstructurale de ces 3 composites permet d'étudier, pour une population de particules donnée, les effets de taille de grains de la matrice sur les évolutions de microstructures et les conséquences sur le comportement mécanique ultérieur de ces matériaux.

Tableau 4. Tableau récapitulatif des épaisseurs de tôles de composites mesurées à l'état de livraison

Matériaux (nomenclature LSPM)	Epaisseur mesurée (mm)	
	lot 2011	lot 2012
A	3.140+/-0.074	2.164+/-0.019
B	3.128+/-0.085	
C	3.245+/-0.038	3.190+/-0.063

Il est à noter que la matière de composites Fe-TiB₂ a été fourni dès le début de l'étude, en quantité limitée sous formes de plaques de dimensions maximales 19*10 cm² (cf. annexe 1) et/ou d'éprouvettes de cisaillement préalablement découpés pour une sollicitation selon DT, alors que les aciers de référence ont été livrés plus tardivement (09/2012) sous forme de tôles, de dimensions 50*15cm² approximativement (cf. ci après).

II.1.2. Aciers ferritiques monophasés :

Deux nuances d'acier ferritique, nommées F1 et F2 provenant d'une même coulée (coulée A284) sont spécifiquement élaborés, de composition chimique proche de la matrice des composites (Tableau 5) afin de servir d'état de référence pour les composites permettant d'étudier l'effet d'ajout de particules TiB₂ sur leurs comportement global. La teneur en Ti est identique à celle dissoute dans la matrice des composites.

Tableau 5 Composition chimique des deux nuances d'aciers ferritiques

Eléments chimiques	C	Mn	S	P	Si	Ni	Al	Cu	Mo	Ti
%m (10 ⁻³)	57	71	1,7	15	173	55	31	71	12	743

Un traitement de laminage à froid suivi d'un recuit à une température $T=850^{\circ}\text{C}$ pendant 100s a donné lieu à l'acier nommé F1. L'épaisseur moyenne de la tôle de cet acier est de $e=0,75\text{mm}$. La deuxième nuance, appelée F2, est obtenue après une opération de laminage à chaud à l'issue de laquelle une tôle d'acier d'épaisseur moyenne de 2mm est obtenue.

II.2. Techniques expérimentales

Une importante campagne expérimentale a été nécessaire pour la caractérisation des matériaux, de leur comportement mécanique et des principaux mécanismes de plasticité et d'endommagement.

II.2.1. Outils de caractérisation microstructurale

Différentes techniques ont été utilisées pour observer la microstructure à différentes échelles et suivre son évolution après les sollicitations mécaniques appliquées.

La microstructure a été examinée par microscopie électronique à balayage, diffraction de Rayons X, et par tomographie X. La technique EBSD (Electron BackScatter Diffraction) a été employée pour caractériser les matériaux à l'état initial, étudier la texture cristallographique locale et identifier les mécanismes de déformation et d'endommagement.

II.2.1.1. Diffraction des rayons X

La diffraction des rayons X a été utilisée pour caractériser la texture cristallographique globale des matériaux. Un échantillon polycristallin est constitué par un ensemble de grains ayant chacun une orientation cristalline spécifique. On dit qu'un matériau présente une texture cristallographique si les grains ne sont pas orientés d'une manière aléatoire. Des orientations préférentielles peuvent être introduites dans le matériau par différents traitements thermo-mécaniques réalisés. La présence de la texture influence d'une manière significative l'anisotropie des propriétés du matériau d'où l'importance de sa caractérisation. La texture cristallographique d'un échantillon est généralement obtenue à l'aide de construction de figures de pôles par diffraction des rayons X. Sur un goniomètre de texture, le faisceau monochromatique incident et le détecteur étant placés en position relative de Bragg pour la diffraction des plans réticulaires $\{hkl\}$, deux rotations de l'échantillon sont effectuées; une rotation suivant l'axe de l'azimut (ξ) et une rotation suivant l'axe de déclinaison (ϕ). L'intensité I des rayons X mesurée par le détecteur pour une position (ξ, ϕ) donnée de l'échantillon est proportionnelle au volume total des différents grains de l'échantillon ayant des plans réticulaires $\{hkl\}$ en position de Bragg pour cette position. La figure de pôles $\{hkl\}$ est obtenue par projection stéréographique (illustrée par la Figure 32), dans un plan lié à l'échantillon, de la densité de pôles $\{hkl\}$ obtenue dans chaque direction définie par ξ et ϕ . Pour accéder aux orientations préférentielles de la texture cristallographique, plusieurs figures de pôles sont nécessaires. Dans le cas des matériaux de structure cubique centrée, les figures de pôles expérimentales sont les figures $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$. A partir des figures de pôles, on peut déterminer la Fonction de Distribution des Orientations cristallines (FDO) qui permet de quantifier complètement la texture du polycristal.

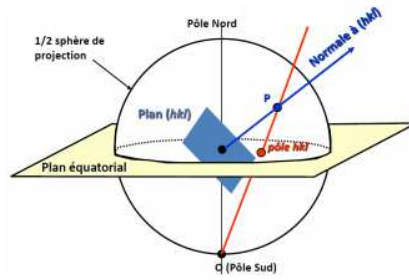


Figure 32 : Schéma illustrant la construction de figures de pôles par projection stéréographique

II.2.1.2. MEB-EBSD

La Microscopie Electronique à Balayage (MEB) est une technique d'imagerie basée sur le principe d'interaction électrons-matière. Différents aspects peuvent être étudiés selon la nature du signal analysé émis par l'échantillon tel que le contraste topographique (électrons secondaire), le contraste chimique et cristallographique (électrons rétrodiffusés) et la composition chimique (rayonnement X). Les analyses effectuées au cours de ces travaux sont réalisées à l'aide d'un MEB FEG SUPRA 40 VP de marque Zeiss, haute résolution et équipé d'un canon à émission de champ. Le MEB FEG est équipé d'une caméra EBSD rapide nouvelle génération (HJELEN UF300, 305 points/s)

II.2.1.2.1. Préparation de surface

Pour les observations MEB et les analyses EBSD, une préparation métallographique de surface soignée est exigée. Pour parvenir à un bon compromis sur la qualité de surface à la fois pour la matrice et les particules, les éprouvettes de composites ont été polies mécaniquement à l'aide de disques diamantés « MD Piano » (en nids d'abeille) adaptés aux matériaux de dureté entre 150 et 2000 HV, utilisés avec des suspensions diamants de taille de particules 9, 3 et 1 micron. Le polissage de finition est obtenu avec une solution commerciale OPU de silice colloïdale contenant des particules abrasives de granulométrie $\frac{1}{4}$ de micron.

Concernant les aciers ferritiques F1 et F2, un polissage mécanique jusqu'au papier de granulométrie 4000, suivi d'un polissage électrolytique avec une tension de 30V pendant 8s et à l'aide de l'électrolyte A2 de Struers, a été effectué.

II.2.1.2.2. Diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD)

Principe

L'EBS (Electron Back Scattering Diffraction) est une technique de détermination des orientations cristallographiques locales basée sur la diffraction d'électrons rétrodiffusés. Elle permet notamment d'étudier la texture cristallographique locale (orientations et désorientations), de définir les grains (selon un seuil de désorientation entre points de mesure) et d'analyser leur morphologie. Les électrons rétrodiffusés en condition de diffraction pour les différentes familles de plans réticulaires donnent lieu à la formation des cônes de diffraction qui sont interceptés par l'écran d'une caméra. L'intersection de ces cônes avec l'écran forme des lignes, nommées « bandes de Kikuchi » (Figure33).

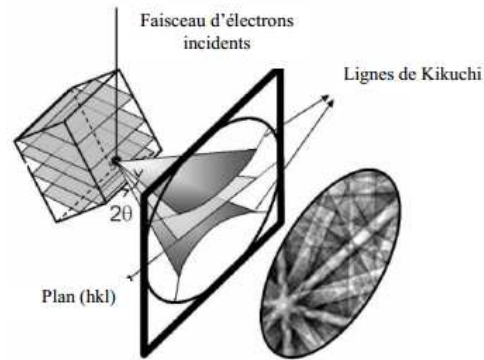


Figure 33 : Principe de formation des lignes de Kikuchi en EBSD (Baudin and Etter, 2008)

L'observation de bandes de Kikuchi bien définies nécessite une inclinaison de l'échantillon dans la chambre du MEB d'un angle de 70° autour de l'axe de « tilt », perpendiculaire à l'axe du détecteur et au faisceau incident. Une présentation schématique de la position de l'échantillon dans le dispositif du MEB est donnée par la Figure 34.

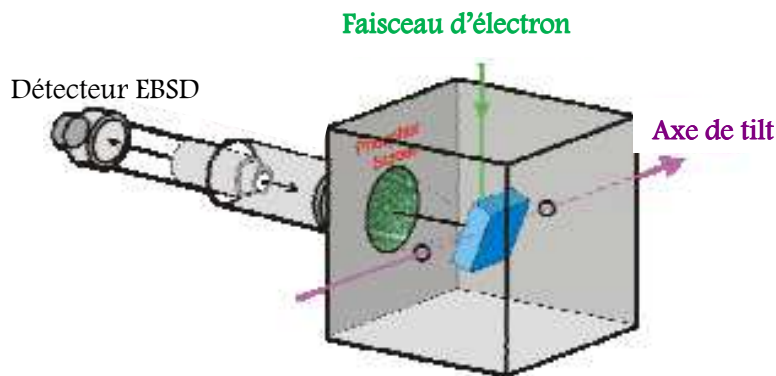


Figure 34 : Représentation schématique de la position de l'échantillon pour des mesures en EBSD.

L'indexation des clichés de Kikuchi comporte plusieurs étapes : la détection des bandes grâce à la transformée de Hough, le calcul des angles entre les plans correspondants, la confrontation à la bibliothèque d'angles pour l'identification de la phase, le calcul des orientations cristallines (angles d'Euler). L'ensemble de l'analyse peut s'effectuer très rapidement de manière automatique avec des algorithmes de détection des bandes. Des cartographies d'orientations cristallines ou de grandeurs associées peuvent être alors obtenues en balayant la surface de l'échantillon. L'EBSA permet ainsi de corréler la microstructure et la texture.

Conditions expérimentales

Les mesures de diffraction des électrons rétrodiffusés ont été effectuées dans le MEB FEG avec une tension de 20kV et l'échantillon est à une distance de travail de 15mm. L'indexation des diagrammes est effectuée à l'aide du logiciel d'indexation automatique OIM (de la société TSL).

Les mesures EBSD ont été acquises avec un pas de mesure qui varie selon la nuance de composite étudiée : un pas fin pour le composite A à petits grains de ferrite (typiquement de $0,05\mu\text{m}$) et un

pas plus grand pour les composites B et C (variant de 0,15 à 0,25 μm). Les joints de grains ont été définis sur OIM avec une désorientation de $\theta=15^\circ$. Ainsi, les joints faiblement désorientés (ou sous joints) sont considérés pour $\theta < 15^\circ$ (appelés aussi LAGB's pour Low Angle Boundaries) et les joints fortement désorientés (ou HABD's High Angle Boundaries) sont définis pour $\theta > 15^\circ$.

À partir des mesures effectuées, les figures de pôles et la fonction de distribution des orientations peuvent être déterminés pour l'étude de la texture cristallographique. De plus, les cartographies de différentes grandeurs sont accessibles, notamment :

- les figures de pôles inverses (IPF Inverse Pôle Figure) d'une direction donnée de l'échantillon,
- l'indice de qualité (IQ) révélateur de la perturbation de la qualité cristalline locale (défauts, joints de grains,...),
- les angles de désorientations entre points de mesure voisins (angle de la rotation autour de l'axe permettant la coïncidence des repères cristallins pour les points considérés). Les angles sont mesurés avec une précision de l'ordre du degré.
- les gradients d'orientations intragranulaires, comme la désorientation locale de Kernel. Pour cette méthode, en chaque pixel le logiciel calcule la désorientation moyenne de ce pixel et ses pixels voisins sans toutefois prendre en compte les désorientations supérieures à une certaine tolérance, typiquement 5° .

Le post-traitement des mesures EBSD par OIM permet d'accéder également à différentes données statistiques (histogrammes de désorientations, de taille ou forme de grains,...)

II.2.1.3. Traitement et analyse d'images MEB

Les images MEB acquises en niveaux de gris ont servi à une caractérisation quantitative de la microstructure des composites. Pour l'état initial, le logiciel de traitement et d'analyse d'images « Image J », a été utilisé, tandis que des procédures spécifiques sous Matlab ont été développées pour quantifier l'endommagement des particules sur les états déformés.

II.2.1.3.1 Traitement d'images de l'état initial avec ImageJ

Un traitement de binarisation des images est suivi d'une analyse statistique concernant différents paramètres morphologiques des particules TiB_2 tel que la distribution de taille, de formes et d'orientation par rapport à un axe donné. La caractérisation de l'état initial est détaillée dans le chapitre III. La Figure 35 montre un exemple de traitement d'une image MEB du composite C de l'étude. A partir d'une image initiale (Figure 35.a) en niveau de gris sur laquelle les particules apparaissent en noir, la binarisation permet d'isoler les particules (Figure 35.b).

La séparation automatique entre petites (Figure 35.c) et grosses (Figure 35.d) particules est effectuée en considérant un seuil en diamètre équivalent.

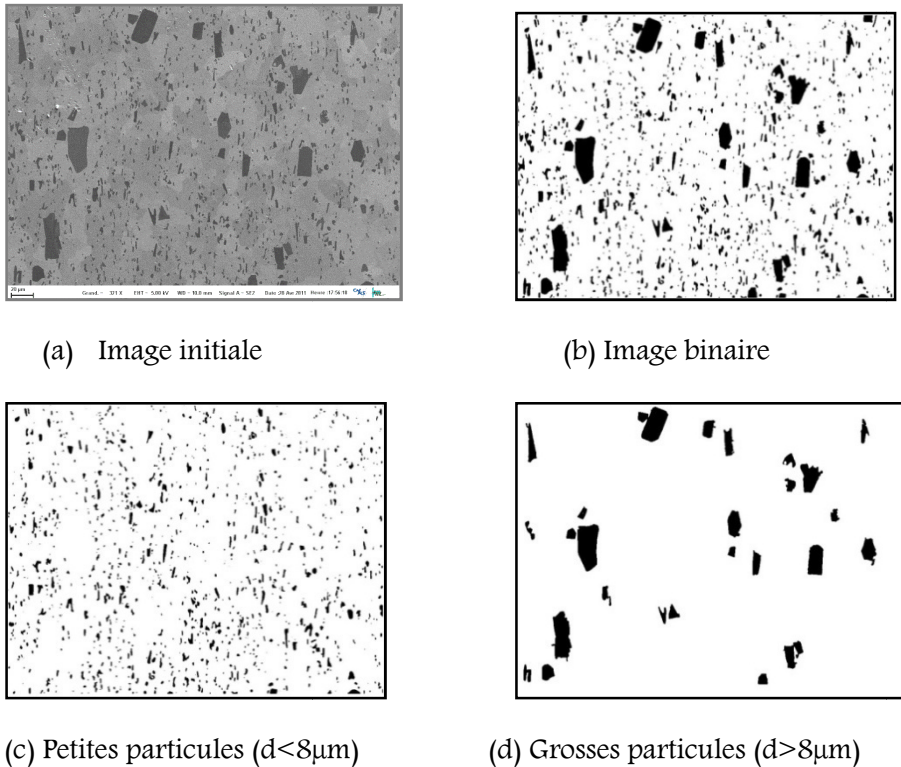


Figure 35 : Illustration du traitement d'images MEB pour la caractérisation de la microstructure initiale. Plan (DL, DN) du composite C.

II.2.1.3.2 Traitement d'images des états endommagés

Un programme permettant la détection automatique de particules cassées et l'extraction de fissures sur les images MEB d'échantillons déformés a été développé au LPSM dans le cadre du stage master d'I. Ksaier (Ksaier 2012). Il se base sur des algorithmes de traitement et d'analyse d'images développés sous Matlab. Le traitement se fait en différentes étapes :

1) ajustement automatique ou manuel de la qualité d'image :

- contraste de l'image : possibilité de réglage manuel

- filtrage des images : réduction du bruit en utilisant un filtre médian : le niveau de gris du pixel est remplacé par la valeur médiane des pixels voisins définis sur un rayon donné de taille choisie par l'opérateur (typiquement 3 ou 5 pixels)

2) définition de la zone analysée et de l'échelle pixels/microns

3) identification par multi-seuillage des pics d'intensité sur l'histogramme de niveau de gris de l'image correspondant à chacune des trois phases présentes (matrice, particules, fissures).

4) Binarisation des images, avec la définition d'une valeur seuil S de niveau de gris permettant de distinguer la ou les phases souhaitées, particules cassées ou non, ou fissures seules

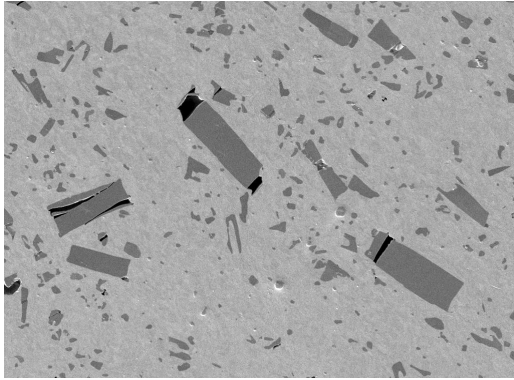
5) détection des particules cassées :

- opérations de morphologie mathématique (de dilatation et/ou érosion) pour réunir en un seul objet les fragments de particules fissurées.
- fermeture des contours à l'aide de la fonction « bwboundaries » de Matlab
- identification des particules cassées comme celles qui contiennent suffisamment de pixels de niveau caractéristiques de la fissure (noir)
- étiquetage des particules cassées et écriture des données dans un fichier texte

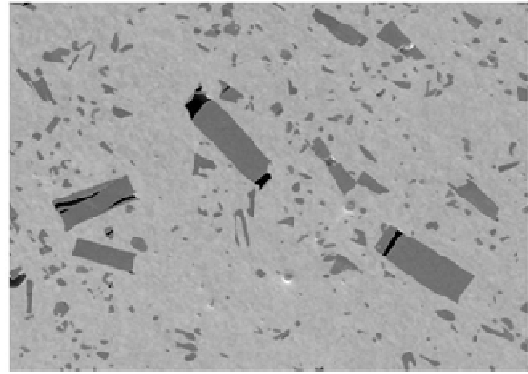
6) propriétés des fissures

- détection des fissures par seuillage et binarisation de l'image.
- calcul des propriétés des fissures (taille, orientation,...) et écriture des données dans un fichier texte.

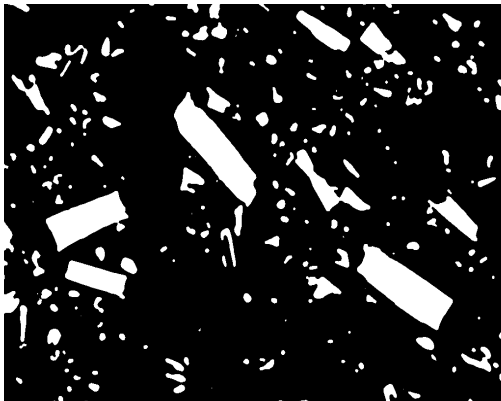
La Figure 36 illustre les différentes opérations permettant la détection des particules cassées dans une image du composite A après 50% de déformation de cisaillement monotone (cf. chap.V).



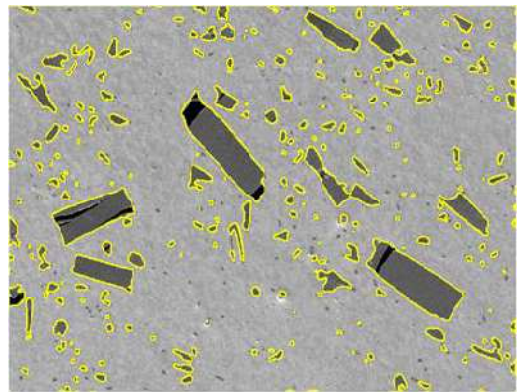
(a) Image initiale



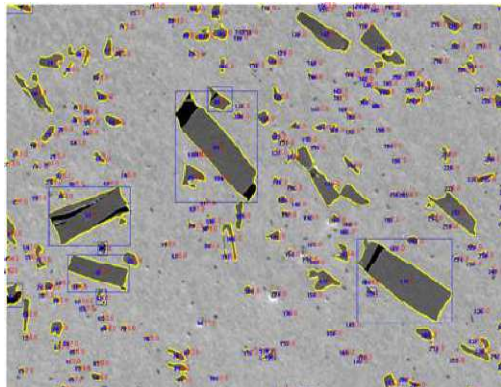
(b) Application d'un filtre médian de rayon 5



(c) Binarisation



(d) Fermeture de contours



(e) identification de particules cassées

Figure 36 . illustration du traitement d'images MEB pour mesure d'endommagement des états déformés.

II.2.1.4. Tomographie X

II.2.1.4.1. Principe et procédure d'acquisition

La Tomographie X permet d'obtenir des images tridimensionnelles à partir d'une série de radiographies. Le principe de la tomographie est basé sur l'absorption. L'échantillon à analyser est placé dans un faisceau de rayons X d'intensité I_0 . L'intensité transmise I , et donc le nombre de photons, dépend des propriétés d'absorption du matériau traversé suivant la loi de Beer-Lambert :

$$I = I_0 e^{-\mu x} \quad (2)$$

Le coefficient d'atténuation μ dépend du matériau traversé (cf. Figure 37). La radiographie obtenue est une projection des informations d'atténuation le long du trajet des photons.

Une série de radiographies est acquise sous différents angles grâce à la mise en rotation de l'échantillon. A partir de cette série, chaque coupe (selon l'axe z de la Figure 38, x étant l'axe de faisceau X) est reconstruite à l'aide d'un algorithme basé sur le principe de rétroprojection filtrée (cf. Figure 39). La description tridimensionnelle est obtenue par l'empilement de ces coupes (Carmona 2009).

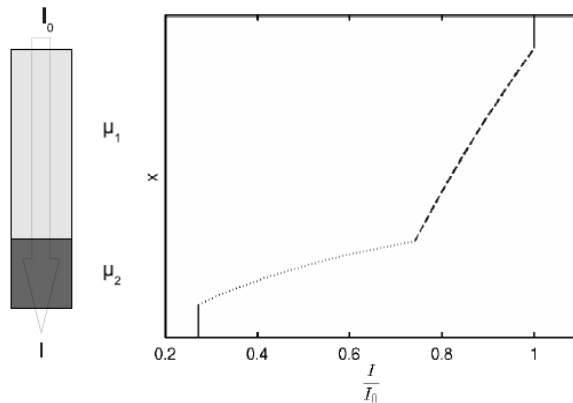


Figure 37 : Atténuation du faisceau le long d'une éprouvette bi matériau ($\mu_1 < \mu_2$). (Carmona 2009)

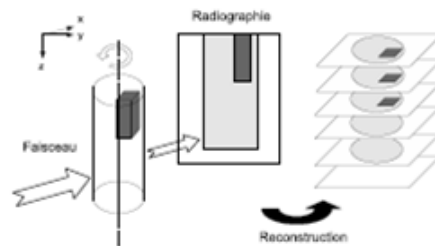


Figure 38 : Principe de la tomographie (Carmona 2009)

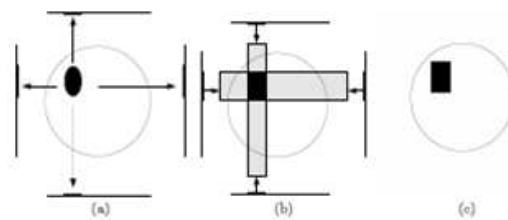


Figure 39 : Principe de la rétroprojection filtrée. (a) projection (b) rétroprojection (c) filtrage. Un nombre important de projections peut être nécessaire pour définir correctement l'objet (Carmona 2009).

L'acquisition des images tridimensionnelle a eu lieu à l'installation européenne de rayonnement de Grenoble (ESRF), en utilisant le dispositif de la ligne ID19. La Figure 40 présente le dispositif de la ligne ID 19. La distance entre sa source et l'échantillon est de 150m et la taille de la source X est de 100 μm . La source peut donc être considérée comme ponctuelle vis à vis de l'échantillon et le faisceau X est un faisceau parallèle. Environ 5 m avant d'atteindre l'objet, le faisceau est rendu

monochromatique par un réseau diffractant. L'orientation du monochromateur par rapport au faisceau incident permet de sélectionner une énergie qui peut varier entre quelques keV et 100 keV. L'échantillon à observer, préalablement collé sur un porte-échantillon, est placé sur un goniomètre, permettant un positionnement (rotation, translation) très précis. Avant manipulation, la platine du goniomètre est réglée de telle sorte que son axe de rotation soit parfaitement perpendiculaire à la direction horizontale du capteur CCD. Ceci assure un déplacement purement horizontal (au μm près) de tout point de l'échantillon lors de la rotation du dispositif. La caméra CCD utilisée a été réalisée spécialement à l'ESRF et comprend 2048 rangées de 2048 détecteurs. La résolution de la caméra, qui correspond à la taille de chaque élément sensible du détecteur qui la compose, est de $0,7 \mu\text{m}$ (configuration haute résolution). 1500 projections sont acquises pour reconstruire le volume. La totalité de ces projections est aussi appelée "scan". Seule la zone centrale de l'éprouvette est observée. Le temps d'acquisition d'un scan approche la minute.

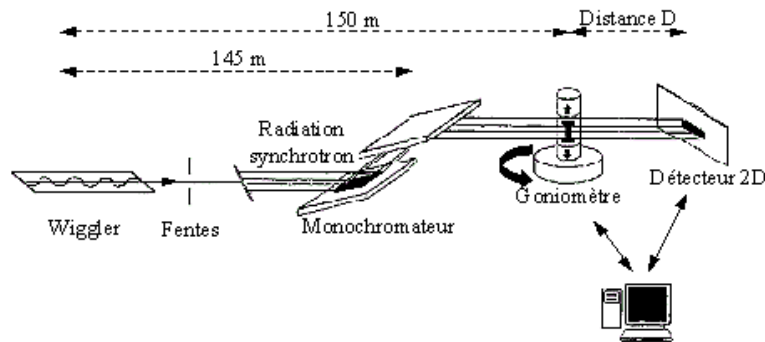


Figure 40 : Schéma général du principe de l'acquisition de projections en tomographie (Babout 2002)

II.2.1.4.2. Reconstruction

Ces différentes opérations ont été réalisées au sein du laboratoire MATEIS de l'INSA-Lyon.

Après acquisition, la reconstruction d'un bloc se fait ensuite à partir des projections originales en plusieurs étapes :

- Etape 1 : préparation/normalisation des projections. Le but de cette étape est de renormaliser les N projections et de trouver automatiquement la position de l'axe de rotation de l'échantillon.
- Etape 2 : reconstruction du volume à l'aide d'un programme développé à l'ESRF basé sur un algorithme de rétroprojection filtrée (cf. Figure 39).
- Etape 3 : recadrage du bloc sur 1 octet afin de réduire la taille des données du bloc reconstruit (bloc initial de 16 Go passe à 4Go).

Cette procédure peut engendrer l'apparition de certains artefacts essentiellement sous formes d'anneaux « ring » (cf. Figure 41).

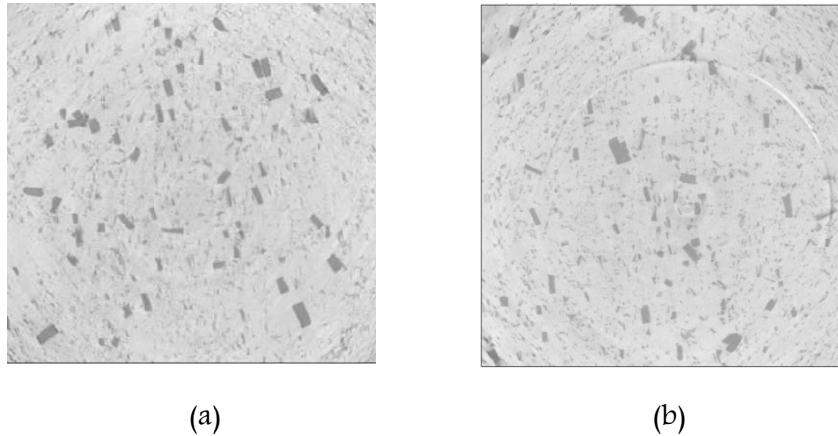


Figure 41 : Illustration des coupes tomographiques obtenus en fin de l'acquisition sans (a) et avec (b) artefacts de type « rings ».

II.2.1.4.3. Traitement d'image

Pour pouvoir suivre l'évolution des fractions de particules endommagées et du volume de porosités présents pour différents états de déformation au sein des différents matériaux, il est essentiel de pouvoir extraire et analyser les différentes entités présentes dans la matrice acier.

Pour chaque éprouvette, les images ont été découpées de sorte à réduire le nombre d'images contenant des « rings ». 900 projections ont été retenues pour toutes les éprouvettes. Ainsi le volume final exploré est cubique de côté $a=630\mu\text{m}$ ($a=900*0,7\mu\text{m}$), ce qui correspond à environ 1/3 de volume total des éprouvettes.

A partir des images 3D en niveau de gris, la première étape consiste à extraire le type d'entité que l'on souhaite analyser. Ensuite, des paramètres morphologiques sont présentés sous leur forme 3D, tel que la forme et le volume des pores afin de quantifier la dimension, la forme, l'orientation de chaque connexité. Une connexité est définie comme un ensemble de voxels en contact. Numériquement, tous les voxels en contact vont prendre la même couleur ou étiquette.

II.2.2. Essais mécaniques

II.2.2.1. Essais de cisaillement simple

II.2.2.1.1. Dispositif et géométrie des éprouvettes

L'essai de cisaillement simple développé au LSPM à partir des travaux de (Rauch and G'Sell 1989) et détaillé dans (Bouvier et al. 2006b) était initialement adapté à l'étude des matériaux de faible épaisseur (de l'ordre de 1mm) et à résistance mécanique modérée comme les aciers doux. Pour les matériaux relativement épais (plusieurs mm) et/ou de caractéristiques mécaniques plus élevées, la capacité en force du dispositif ainsi que la qualité du serrage étant insuffisante, un nouveau dispositif a été récemment développé au LSPM et utilisé pour cette étude, permettant d'atteindre des efforts de l'ordre de 100 kN. Le dispositif est monté, sur une machine de traction MTS de capacité 100KN, tout comme les anciens dispositifs (Bouvier et al. 2006b), et l'essai se déroule selon la même méthode.

Le principe de l'essai de cisaillement simple consiste en un glissement relatif de deux blocs rigides auxquels l'éprouvette est solidement fixée. Les essais sont réalisés à une vitesse de déformation constante ($\dot{\gamma} = \sqrt{3} \cdot 10^{-3} \text{s}^{-1}$) grâce à l'asservissement de la machine sur l'extensométrie optique. L'éprouvette est initialement peinte en blanc et marquée d'un trait noir perpendiculaire à la direction de cisaillement (Figure 42). L'évolution de l'inclinaison d'un angle θ de cette ligne, suivie par une caméra CDD, au cours de l'essai permet à la fois la mesure de la déformation en cisaillement (ou « glissement ») γ imposée à l'éprouvette ($\tan\theta = \gamma$). 1 est la direction de cisaillement et 2 est la direction normale au plan de cisaillement sur la Figure 42 ainsi que le pilotage de la machine. Grâce à l'enregistrement de la force axiale F par la cellule de force de la machine de traction, des courbes contraintes de cisaillement τ - déformation de cisaillement γ peuvent être construites où $\tau = F/L \cdot e$. L'essai de cisaillement simple permet simplement des réaliser des essais monotones, ou des essais dits « inversés » en changeant le sens de sollicitation après une amplitude de prédéformation prédéfinie.

Dans l'hypothèse où le comportement peut être considéré comme isotrope, et en ne tenant compte en première approximation que des composantes de cisaillement, la contrainte équivalente de Von Mises s'écrit $\sigma = \sqrt{3} \cdot \tau$ et la déformation équivalente de Von Mises en chargement monotone $\epsilon = \gamma / \sqrt{3}$.

Les éprouvettes, découpées par électroérosion à commande numérique, ont une géométrie rectangulaire de longueur $L=38\text{mm}$ et de largeur $l=23\text{mm}$. La zone utile, qui correspond à la zone cisailée, est de $38 \cdot b \text{ mm}^2$ avec $b=2,5\text{mm}$. Les dimensions sont adaptées de façon à obtenir un champ de déformation homogène et à réduire les effets de bords libres (Bouvier et al. 2006b).

On définit une base orthonormée (DC, NC, DN) directe lié au repère de cisaillement avec DC la direction de cisaillement, NC la direction normale au plan de cisaillement et DN la direction normale à la tôle (cf. Figure 42). On appelle ainsi le plan (DC, NC) plan de l'éprouvette et (DC, DN) le plan de cisaillement. Les zones hachurées sur la figure 42 représentent les empreintes de serrage des mors sur l'éprouvette de cisaillement.

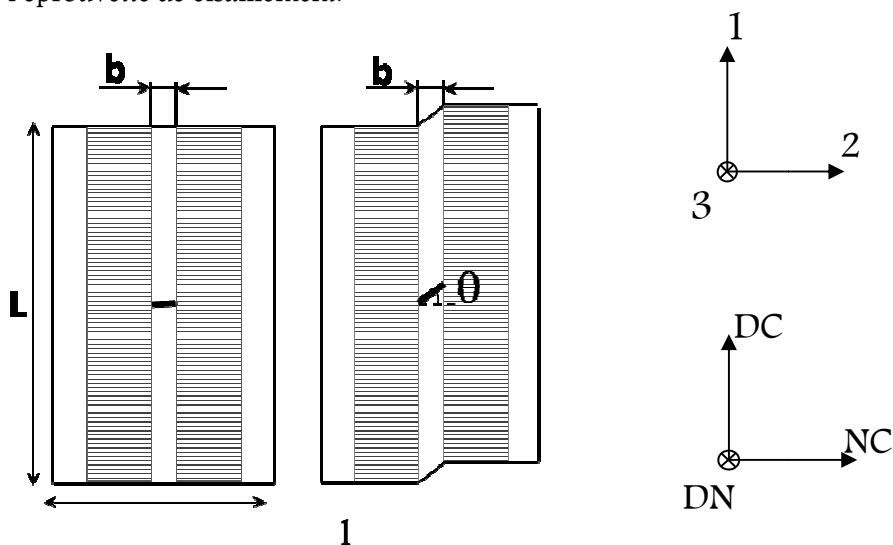


Figure 42 : schéma des éprouvettes de cisaillement avant et après essai

II.2.2.1.2. Essais réalisés

Compte-tenu de la quantité de matière fournie et des dimensions disponibles (cf. annexe 1), et de la faible anisotropie en contraintes constatées dans les études préliminaires antérieures (Courleux and Gaspérini, 2007) et (Schulz and Gaspérini 2009) la plupart des essais de cisaillement ont été réalisés selon la direction transverse DT des tôles. Quelques essais selon la direction de laminage DL ont été tout de même réalisés sur la nuance B afin de statuer sur l'anisotropie du comportement global d'une part et sur l'endommagement d'autre part.

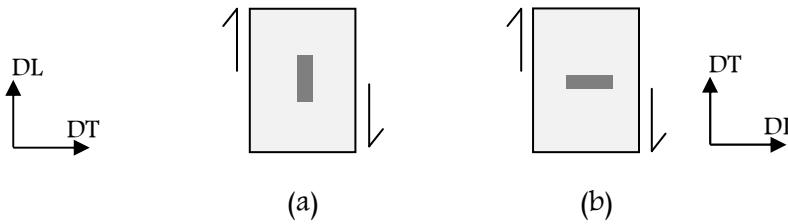
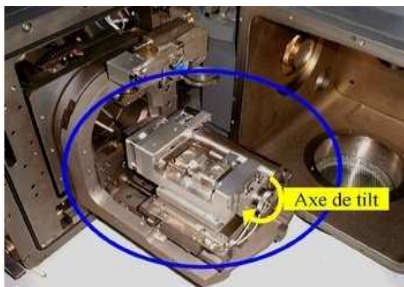


Figure 43 : Illustration schématique d'un volume de matière du composite cisailé selon (a) la direction de laminage (DL) et (b) la direction transverse (DT). Le rectangle sombre montre l'orientation préférentielle des particules

Une série d'essais de cisaillement monotone (6 à 8 essais selon la nuance) a été réalisée jusqu'à l'initiation de la rupture macroscopique des éprouvettes. Des essais de cisaillement inversés ont été également réalisés, avec différentes amplitudes de prédéformation γ^* (essentiellement de 5%, 17% et 35%) afin d'étudier l'évolution de la composante cinématique de l'écrouissage en fonction de la prédéformation. L'essai inversé est répété au moins 2 à 3 fois, selon la qualité de l'essai, pour chaque prédéformation.

II.2.2.2. Essais de Flexion quatre points

Afin d'effectuer un suivi de la chronologie des événements caractéristiques lors de la déformation plastique des composites, des essais de flexion 4 points in situ dans la chambre du MEB-FEG ont été réalisés (Figure 44.a). Le choix de cet essai a été motivé d'une part par la géométrie des éprouvettes, adaptée aux échantillons de matériaux disponibles, et d'autre part, par la possibilité d'analyser, lors d'un même essai, des zones majoritairement en traction ou en compression.



(a) Mini-machine de traction dans la chambre du MEB-FEG



(b) Module de Flexion 4 points

Figure 44 : Dispositif du LSPM pour essais de flexion in-situ, (a) vue d'ensemble dans la chambre du MEB et (b) module de flexion

Les essais de flexion 4 points ont été réalisés à l'aide d'un dispositif monté sur une machine de traction miniaturisée développée au laboratoire LSPM (Figure 44) et équipée d'une cellule de charge de capacité 3000N. Le pilotage de l'essai se fait à déplacement global imposé, par l'intermédiaire d'un programme LabView développé au laboratoire permettant l'acquisition de la courbe force-déplacement. Le déplacement est imposé selon la direction 3, comme indiqué sur la Figure 45.

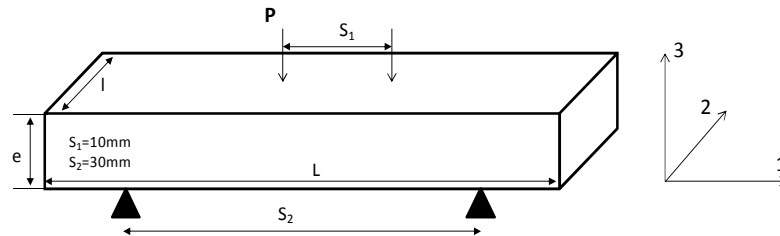


Figure 45 : Principe de l'essai de flexion

Les sections de normale 2 des éprouvettes de flexion sont polies mécaniquement selon le même protocole défini au § II.2.1.2.1 avant essai afin de révéler la microstructure, et ensuite placées sur la machine de telle sorte à pouvoir observer la surface polie pendant l'essai. Différentes zones ont été repérées à l'état initial (avant essai) par imagerie MEB et par EBSD afin de servir d'états de référence. Des images MEB ont été ensuite prises durant l'essai. Les acquisitions EBSD sur les états déformés ont été faites uniquement en fin d'essai.

Conclusion

Le Tableau 6 récapitule l'ensemble des essais mécaniques réalisés sur les matériaux de l'étude. Pour les essais de cisaillement (monotone CM et inversé CI) les essais ont été répétés en moyenne trois fois pour chaque amplitude de déformation ou de prédéformation afin de vérifier la reproductibilité de l'essai ou d'estimer sa qualité en terme de reproductibilité.

Tableau 6 : Récapitulatif des essais mécaniques effectués sur les différents matériaux de l'étude

	A	B	C	F1	F2
CM	DT	DT/ DL	DT	DT	DT
CI	DT $\gamma_{+}=5\%$, 12%,17%,35%	DT / DL $\gamma_{+}=5\%$, 12%,17%,35%	DT $\gamma_{+}=5\%$, 12%,17%,35%	DT $\gamma_{+}=5\%$,17%,35%	DT $\gamma_{+}=5\%$,17%,35%
Flexion		(T) et (L)			

Le Tableau 7 récapitule l'ensemble des investigations de microstructures initiales et déformées effectuées sur les différents matériaux de l'étude.

Tableau 7. Récapitulatif des investigations microstructurales effectuées durant l'étude

	EI	Cisaillement DT		Cisaillement DL		Flexion
		CM	CI	CM	CI	
Obs. MEB	A, B, C, F1, F2	A, B, C	A, B, C	B	B	B
EBSD	A, B, C, F1, F2	A, B, C	A, C			B
Tomo	C	A, B, C	A, B, C	B	B	
DRX	A, B, C, F1, F2	A, C				

Après avoir récapitulé les données disponibles sur les matériaux de l'étude et présenté les techniques expérimentales à disposition, les chapitres suivants sont consacrés à la caractérisation mécanique et microstructurale nécessaires à la compréhension des liens comportement /microstructure des composites Fe-TiB₂

Chapitre III.

Caractérisation de l'état initial

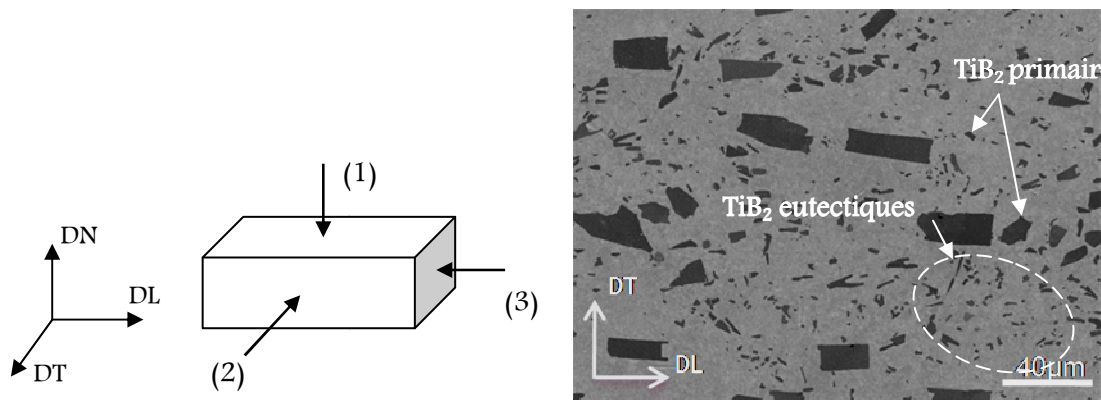
Introduction

Ce chapitre est consacré à la caractérisation et à l'analyse des microstructures et de textures à l'état initial des matériaux de l'étude, afin de comprendre leur évolution ultérieure sous sollicitation mécanique, et de constituer une base de données en vue de la modélisation du comportement et d'endommagement tenant compte de caractéristique microstructurales.

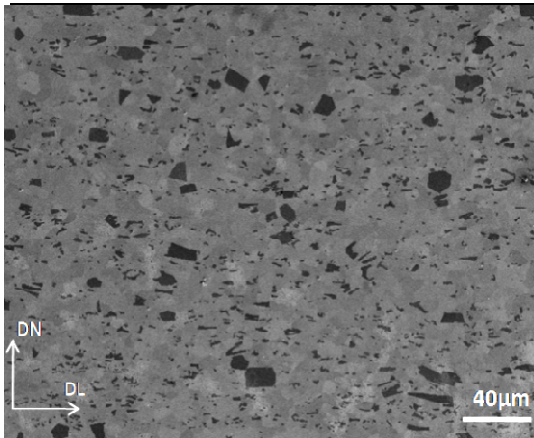
L'étude porte sur les différentes nuances de composites Fe-TiB₂ considérées, ainsi que sur deux aciers ferritiques à priori analogues à la matrice des composites, afin de sélectionner les matériaux les plus pertinents pour l'analyse du comportement des composites à partir d'un matériau non renforcé.

III.1 Les Composites Fe-TiB₂

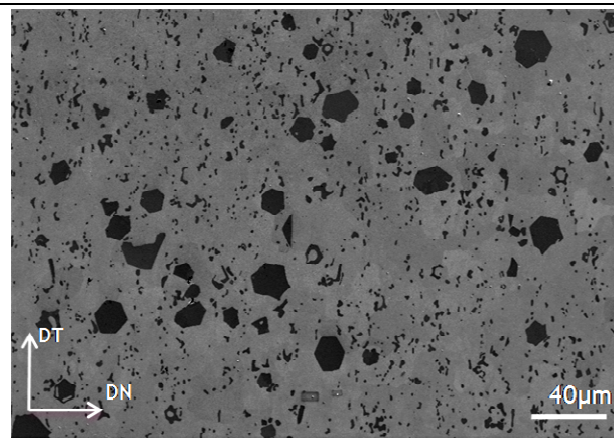
Des microstructures typiques de composite Fe-TiB₂, observées au MEB-FEG sur des sections de normale DL, DT et DN, sont présentées sur la Figure 46. Elles mettent en évidence une distribution relativement homogène des particules TiB₂ dans la matrice d'acier ferritique. On distingue deux populations de particules TiB₂ de taille et de formes différentes : des particules de grosse taille, souvent de forme prismatique à base hexagonale, notées GP (« grosses particules »), et d'autres de petite taille, beaucoup plus nombreuses que les GP, et notées PP (« petites particules »). Les GP sont parfois dites « primaires » car formées en premier dans la phase liquide lors de l'élaboration des composites, tandis que les PP sont formées par précipitation eutectique avec la phase austénitique du fer, d'où leur dénomination de précipités « eutectiques ».



Repère de la tôle initiale (a) : Section (DL, DT)



(b) : Section (DL, DN)



(c) : Section (DT, DN)

Figure 46 : Aspect en MEB de la microstructure du composite Fe-TiB₂ sur les sections (a) (DL, DT), (b) (DL, DN) et (c) (DT, DN). Les particules TiB₂ apparaissent en gris foncé et la matrice ferritique en gris clair

Lors de la caractérisation de l'état initial des composites, quelques cas de particules (Figure 47.a) ou d'amas de particules (Figure 47.b) cassées ont été décelés au sein de la population des particules TiB₂, comme illustré par la Figure 47. La fraction numérique de particules endommagées a été

estimée à 3% approximativement. Cet endommagement initial résulte probablement des traitements d'élaboration du matériau, notamment l'étape de laminage à chaud.

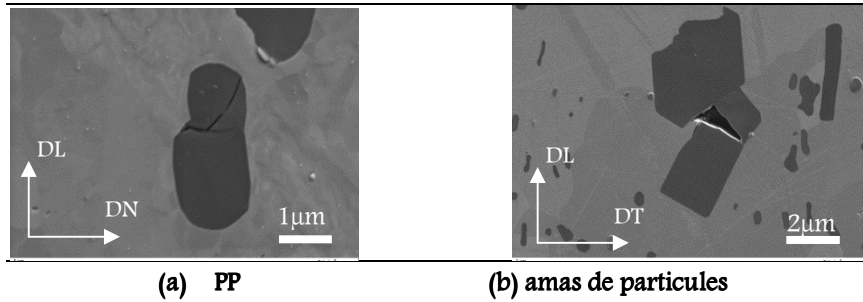


Figure 47 : Exemples de marques d'endommagement existant à l'état initial des particules TiB_2

L'analyse de la texture morphologique et cristallographique des renforts et de la matrice est détaillée ci-dessous.

III.1.1 Caractéristiques des renforts TiB_2

III.1.1.1 Analyse quantitative de paramètres morphologiques

Le traitement et analyse d'images MEB sur larges zones (Tableau 8) sur la section longitudinale (DL, DN) et transversale (DT, DN) a permis de quantifier les différents paramètres morphologiques des particules TiB_2 sur ces plans dans le cas des composites A et C de l'étude. La Figure 48 illustre l'aspect de la microstructure de la zone analysée sur le plan (DL, DN) du composite C.

Tableau 8 : Taille de zones analysées lors du traitement d'images des composites A et C sur le plan longitudinal et transversal

	Taille de zone (μm^2) / Nombre de particules	
	(DL, DN)	(DT, DN)
A	436581 / 3690	228961 / 4155
C	534750 / 8285	472185 / 17005

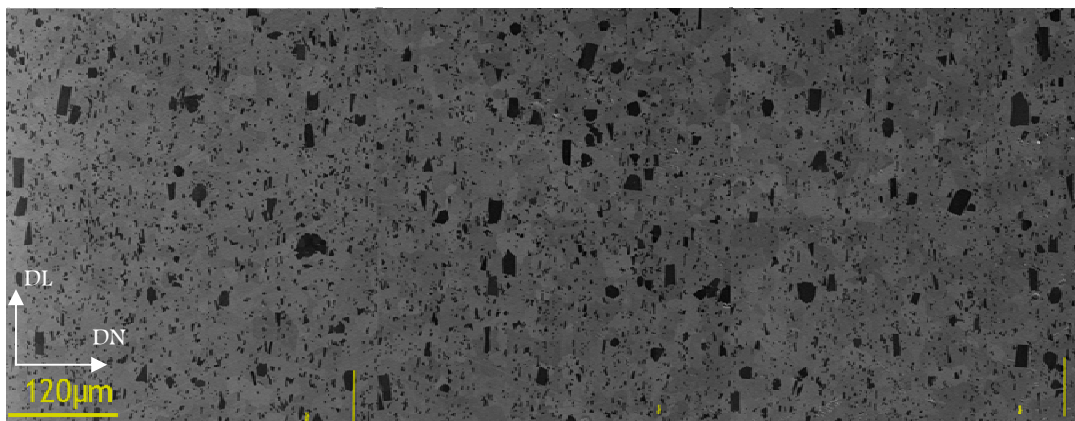


Figure 48 : Aspect de la zone traitée pour la quantification de la morphologie des particules sur le plan longitudinal (DL, DN) dans le cas du composite C.

III.1.1.1.1 Section longitudinale (DL, DN)

Les résultats de cette analyse sont reportées sur un même graphe pour les nuances A et C et sont présentés sous forme d'histogrammes de distributions de tailles (Figure 49), de rapports de forme (Figure 50) et d'orientations des particules TiB_2 par rapport à l'axe DL (Figure 51).

La Figure 49 montre que la taille des particules, sur ce plan, varie entre 1 et 34 μm avec un diamètre équivalent (au sens du disque de même aire que la particule) moyen de 2.5 μm . La distribution du Facteur de forme (Ff) – rapport grand axe/petit axe des ellipses auxquelles sont assimilées les particules – (Figure 50) est centrée sur $Ff_{moy} = 2$ sur la section longitudinale (DL, DN). D'après la Figure 51, environ 50% des particules font un angle inférieur à 10° avec l'axe DL de la tôle, montrant que les particules TiB_2 sont majoritairement alignées selon la direction de laminage.

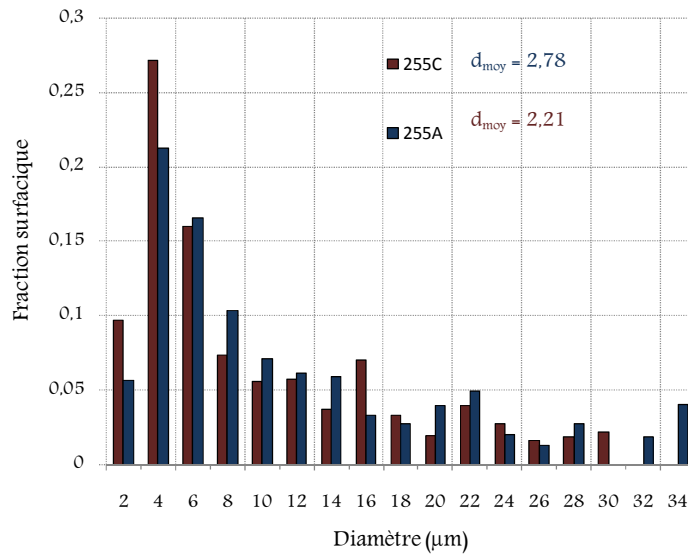


Figure 49 : Distribution de la fraction surfacique de particules TiB_2 en fonction de leur diamètre équivalent apparent sur le plan (DL, DN)

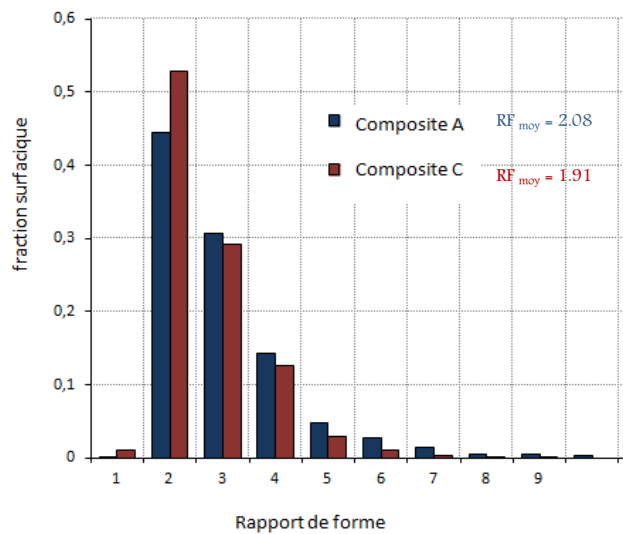


Figure 50 : Distribution de la fraction surfacique des particules TiB_2 en fonction de leur rapport de forme apparent sur le plan (DL, DN)

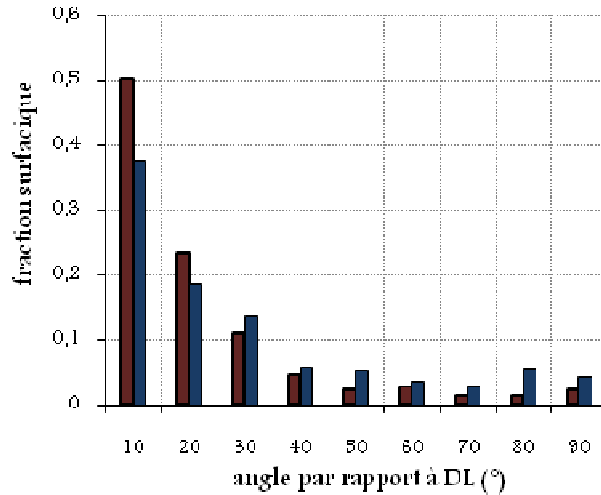


Figure 51 : Distribution de la fraction surfacique des particules TiB_2 en fonction de leur orientation par rapport à DL, sur le plan (DL, DN)

Les figures 49–51 montrent que les caractéristiques sont très proches entre les deux nuances A et C, ce qui est attendu, les différences de leur traitement d’élaboration ne peuvent pas influencer sur la taille des renforts.

Le Tableau 9 récapitule les résultats d’analyses d’images MEB dans le cas de la nuance A et C du composite Fe- TiB_2 . Les résultats statistiques sont proches entre les différentes nuances indiquant que les caractéristiques morphologiques moyennes des particules sont globalement similaires.

Tableau 9: récapitulatif des caractéristiques morphologiques de l’ensemble de particules, quantifiées sur le plan (DL, DN) de la tôle des nuances A et C du composite Fe- TiB_2

	Nombre particules	$f_{TiB_2}(\%)$	$d_{\text{éq}} (\mu\text{m})$		Ff	
			$d_{\text{éq-moy}}$	Ecart-type	Ff _{moy}	Ecart-type
A	3690	10	2,78	2,62	1,91	0,9
C	8285	9	2,21	2,1	2,1	1,4

Compte tenu de l’allure de l’histogramme de taille des particules et de la dispersion importante sur les tailles (liée à la présence de deux populations distinctes de TiB_2 , l’évaluation des caractéristiques morphologiques par leur moyenne est insuffisante pour la description réaliste des caractéristiques des microstructures analysées.

Pour cela, une procédure de distinction entre petites (PP) et grosses (GP) particules a été effectuée à partir d’un critère de taille de diamètre équivalent. Cette procédure est détaillée dans le § II.2.1.3.1.

Le Tableau 10 récapitule les résultats de cette analyse quantitative pour les deux familles (PP et GP) de particules. Le diamètre équivalent apparent des TiB_2 GP varie entre 8 et 34 μm avec une valeur

moyenne de 13,6 μm . Les TiB_2 PP ont un diamètre équivalent moyen de 2,2 μm et un Ff moyen de 2 μm .

Tableau 10 : Caractéristiques morphologiques de chacune des deux familles des particules TiB_2 , des nuances A et C du composite Fe- TiB_2 , plan (DL, DN)

TiB_2 GP - $d_{\text{éq.moy}} > 8\mu\text{m}$		
	A	C
Nombre de particules	99	162
$d_{\text{éq.moy}}(\mu\text{m})$	14	13
Ecart-type (d)	3,2	4,6
Ff_{moy}	2	2,2

TiB_2 PP - $d_{\text{éq.moy}} < 8\mu\text{m}$		
	A	C
Nombre de particules	3591	8123
$d_{\text{éq. moy}}(\mu\text{m})$	2,4	2
Ecart-type (d)	1,5	1,3
Ff_{moy}	2	2,1

III.1.1.1.2 Section transversale (DT, DN)

La Figure 52 et la Figure 53 donnent respectivement la distribution de taille et de forme des particules TiB_2 sur le plan de normale DL. Au vu de la morphologie des particules sur cette section (cf. Figure 46.c), la circularité est adoptée comme descripteur de forme. La circularité est définie par la relation (3), et vaut 1 quand il s'agit d'un cercle parfait, et tend vers 0 pour des formes allongées.

$$Circ = 4\pi \times \frac{Surface}{Perimètre^2} \quad (3)$$

Le diamètre équivalent apparent des particules, sur ce plan, varie entre 1 et 24 μm avec une valeur moyenne de 2,4 μm (Tableau 11). La distribution de la circularité des particules (Figure 53) montre qu'elle est majoritairement proche de la valeur 1. Les particules, sur la section transversale (DT, DN), présentent majoritairement des formes proches de disques ou d'hexagones réguliers.

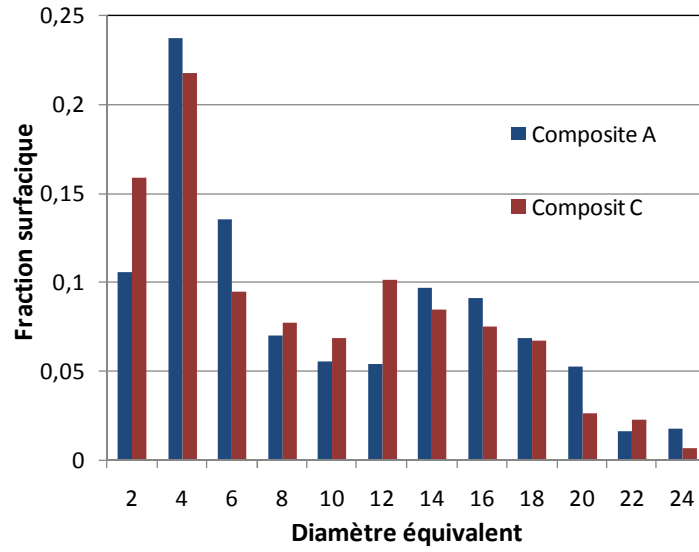


Figure 52 : distribution de la fraction surfacique des particules TiB_2 en fonction de leur diamètre équivalent apparent sur le plan (DT, DN)

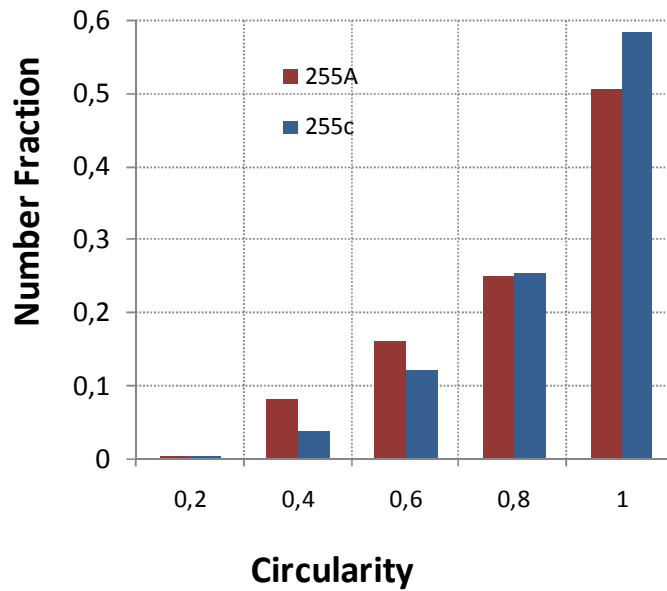


Figure 53 : Distribution de la fraction numérique des particules TiB_2 sur le plan (DT, DN) en fonction de leur circularité

Tableau 11 : récapitulatif des caractéristiques morphologiques de l'ensemble de particules, quantifiées sur le plan (DT, DN) de la tôle des nuances A et C du composite Fe-TiB₂

	Nombre particules	d _{éq} (µm)		Circ	f TiB ₂ (%)
		d _{éq.moy}	Ecart-type		
A	4156	2,38	2,84	0,7	11,7
C	17000	2,4	2,9	0,8	13,4

La distinction sur cette section entre petites et grosses particules de TiB₂ se fait pour un diamètre équivalent apparent de 6µm (valeur correspondante, en moyenne, au pied du premier pic de la distribution de taille de particules sur la Figure 52).

Le Tableau 12 récapitule les résultats de cette analyse quantitative pour les deux familles (PP) et (GP). Le diamètre équivalent apparent moyen des TiB₂ GP varie entre 6 et 24µm avec une valeur moyenne de 9 µm, et la circularité moyenne des GP est 0,7. Les TiB₂ PP ont un diamètre équivalent moyen de 1,5 µm et une circularité moyenne de 0,8 µm.

Tableau 12 : Caractéristiques morphologiques sur le plan (DT, DN) de chacune des deux familles des particules TiB₂, dans le cas des nuances A et C du composite

TiB ₂ GP- d _{éq.moy} >6µm		
	A	C
Nombre	194	497
d.éq. moy	9	9
Ecart-type (d)	4	3,4
Circularité	0,6	0,7

TiB ₂ -PP- d _{éq.moy} <6µm		
	A	C
Nombre	3962	16503
d.éq. moy	1,6	1,46
Ecart-type(d)	0,8	1
Circularité	0,78	0,81

D'après cette analyse réalisée sur deux sections différentes, on note, de manière assez attendue, que les caractéristiques sont très proches entre les deux nuances A et C, les différences de leur traitement d'élaboration ne peuvent pas influencer sur la taille des renforts. Ainsi, en considérant une même population de particules TiB_2 identique au sein des deux matériaux et en rassemblant les statistiques sur chacune des deux sections, la fraction surfacique de TiB_2 dans cette nouvelle de composite est estimée en moyenne, et en cohérence avec les données industrielles, à $11,1 \pm 1,7$. Par ailleurs, les PP, nettement plus petites et plus nombreuses que les GP (le nombre de PP est en moyenne 37 fois plus importants que celui des GP), apportent une contribution surfacique équivalente à celle des GP (51% environ de la surface totale des particules est occupée par les PP).

III.1.1.2 Caractère cristallin des particules et textures cristallographiques

La figure 54 présente les cartographies d'orientations des particules TiB_2 , issues des mesures EBSD sur les sections transversales (DT, DN) et longitudinale (DL, DN). Ces cartographies de figures de pôles inverse (FPI) de la direction macroscopique DL, mettent en évidence une texture cristallographique marquée des particules TiB_2 , avec l'axe c de la structure hexagonale des TiB_2 principalement orienté selon l'axe DL de la tôle laminée, comme le montre clairement les Figure 54.a et c et les figures de pôles {0002} de la Figure 55.a. Cette dernière montre également une orientation préférentielle de l'axe DN et DT du repère échantillon respectivement selon les directions (11-20) et (10-10) de la maille cristalline hexagonale.

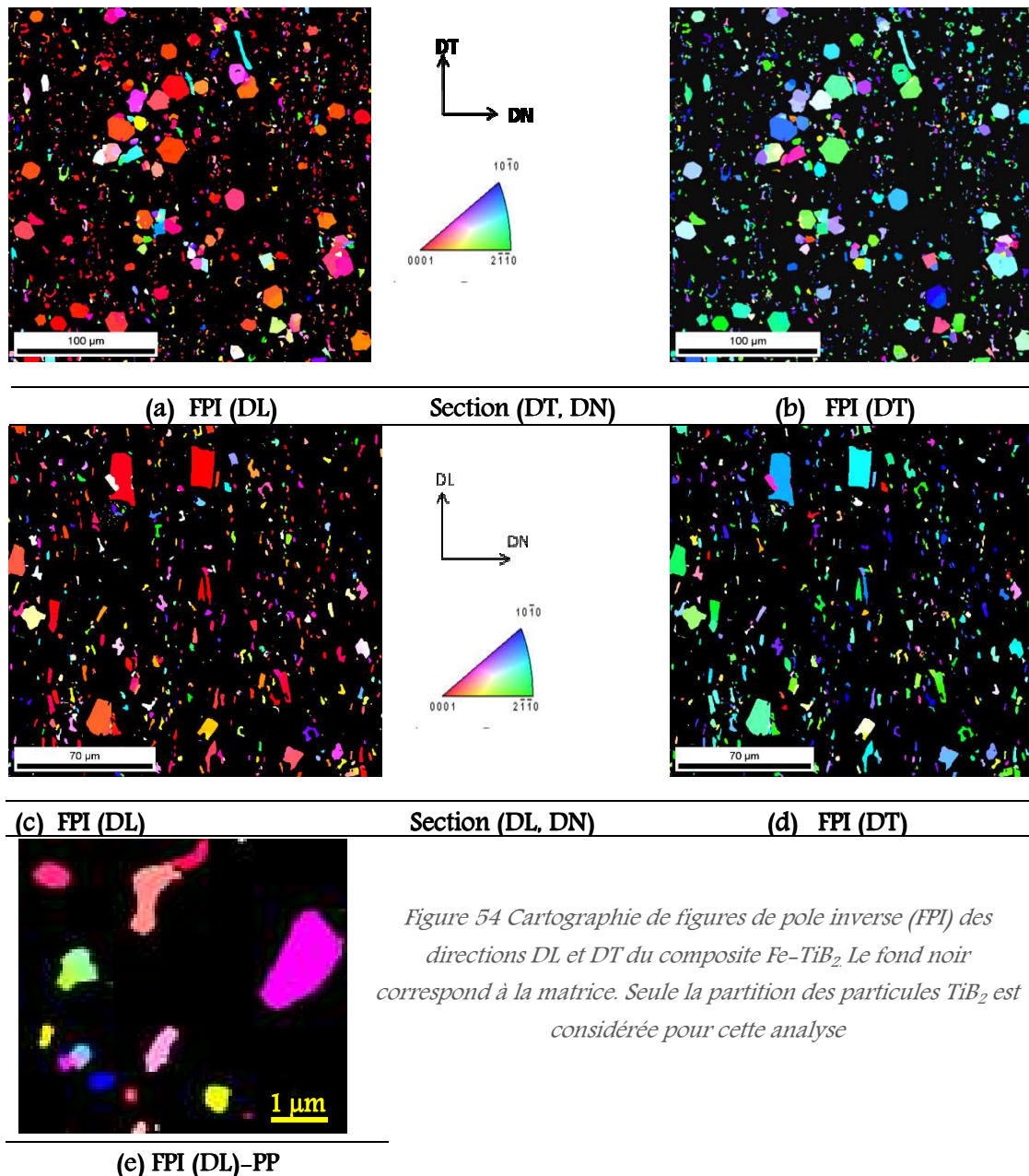


Figure 54 Cartographie de figures de pole inverse (FPI) des directions DL et DT du composite Fe-TiB₂. Le fond noir correspond à la matrice. Seule la partition des particules TiB₂ est considérée pour cette analyse

Les figures de pôles mesurées par DRX (Figure 55.b et c), mesures statistiquement plus représentative mais dont la précision est limitée par la fraction volumique des particules dans le volume diffractant des échantillons, mettent également en évidence une texture de fibre d'axe c selon la direction DL, cohérente avec les mesures EBSD. Les niveaux de densité de pôles sont cependant plus faibles, et les renforcements des figures de pôles {10-10} et {11-20} sont moins marqués.

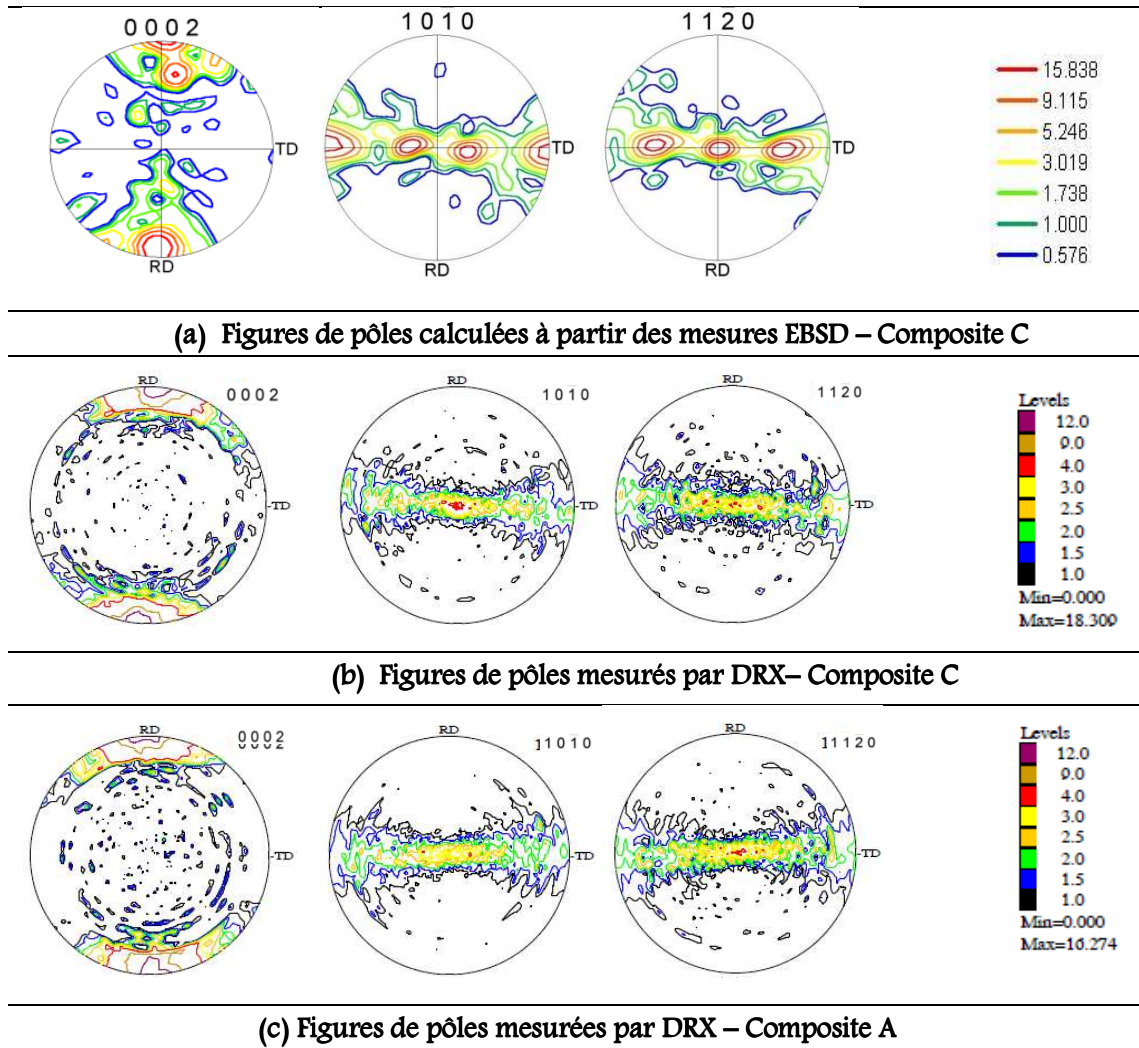
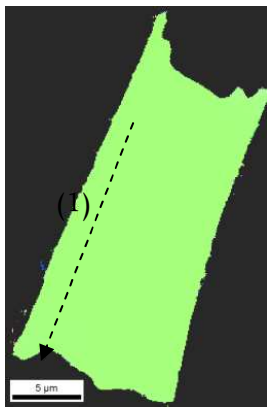


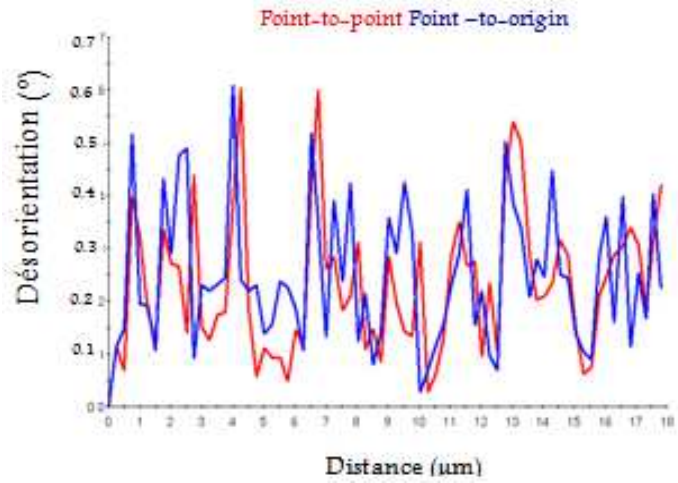
Figure 55 : Figures des pôles $\langle 0002 \rangle$, $\langle 10-10 \rangle$ et $\langle 11-20 \rangle$ des particules TiB_2 par (a) EBSD et par (b), (c) DRX dans le plan (DL, DT)

Par ailleurs, sur la figure 54 on constate que les particules TiB_2 ne sont pas toutes monocristallines. Certaines petites (Figure 54.e) et grosses particules (Figure 54 a, b, c et d) sont bi ou multicolores sur les cartographies d'orientations de TiB_2 , indiquant leur caractère polycristallin et/ou l'agrégation de plusieurs particules.

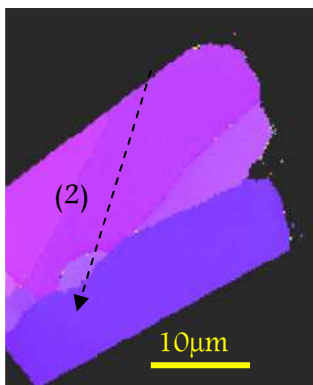
La Figure 56 présente les profils de désorientations typiques de particules mono (Figure 56.a) et poly-cristallines (Figure 56.c). Quantitativement, les désorientations locales dans une particule monocristalline sont très faibles et fluctuent généralement en-dessous du degré (Figure 56.b), alors que les particules considérées comme « polycristallines », présentent de fortes valeurs de désorientations entre les différents pixels constituant de la particule, pouvant atteindre un angle de 50° ou plus (Figure 56.d).



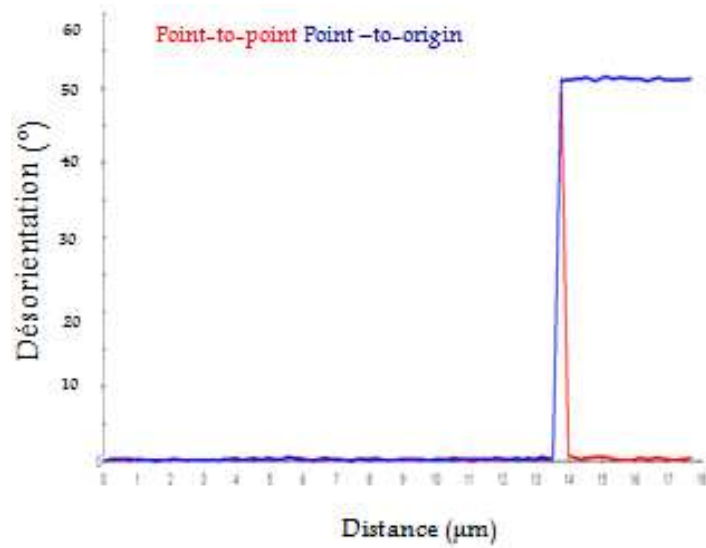
(a) TiB_2 « monocristalline »



(b) Profil (1) de désorientation



(c) TiB_2 « poly-cristalline »



(d) Profil (2) de désorientation

Figure 56 : Profils de désorientations typiques de particules TiB_2 (a) mono et (b) polycristallines

III.1.2 La matrice ferritique : microstructure et texture

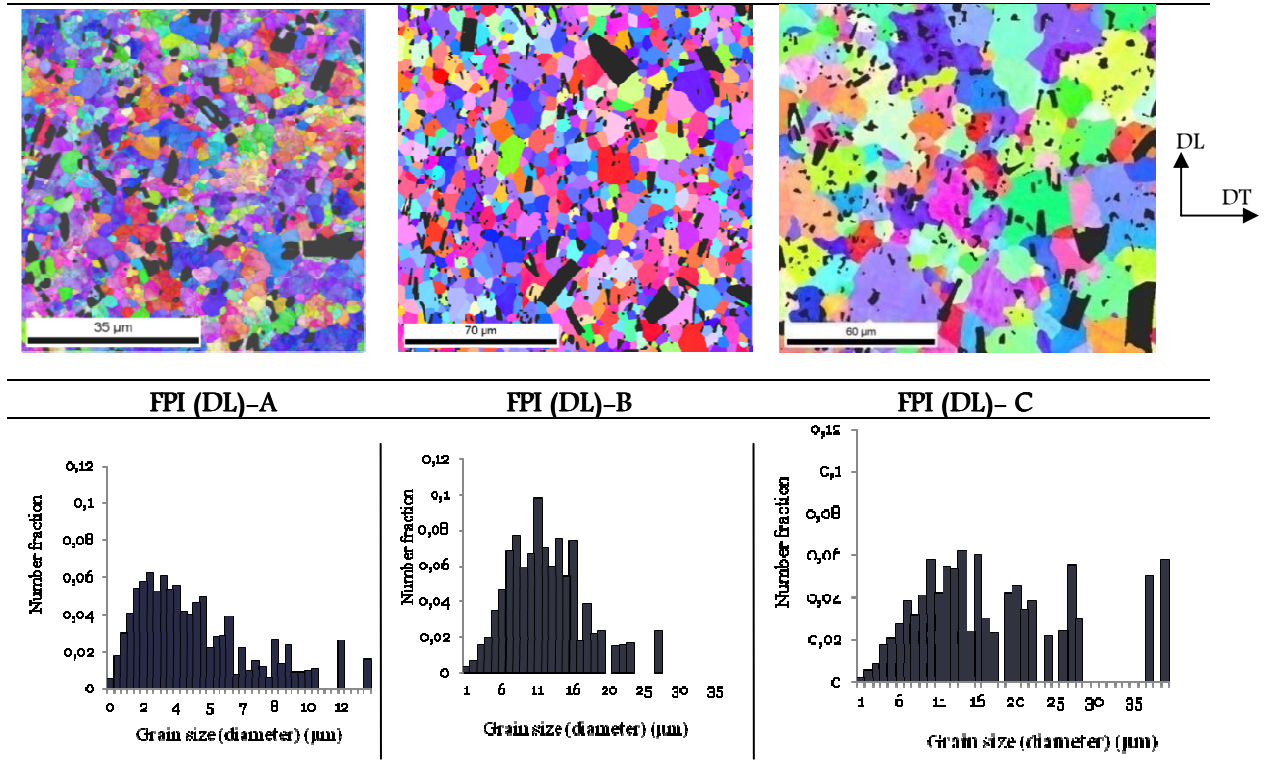
III.1.2.1 Taille de grain

La Figure 57 présente les cartographies d'orientations selon la direction DL de la matrice des trois nuances de composite Fe-TiB₂ : A, B et C sur les plans (DL, DT) et (DL, DN), ainsi que la distribution de taille de grain (définie par une désorientation supérieure à 15° pour les composites B et C et supérieure à 2° pour le composite A) obtenue à partir de l'exploitation de ces mêmes analyses EBSD.

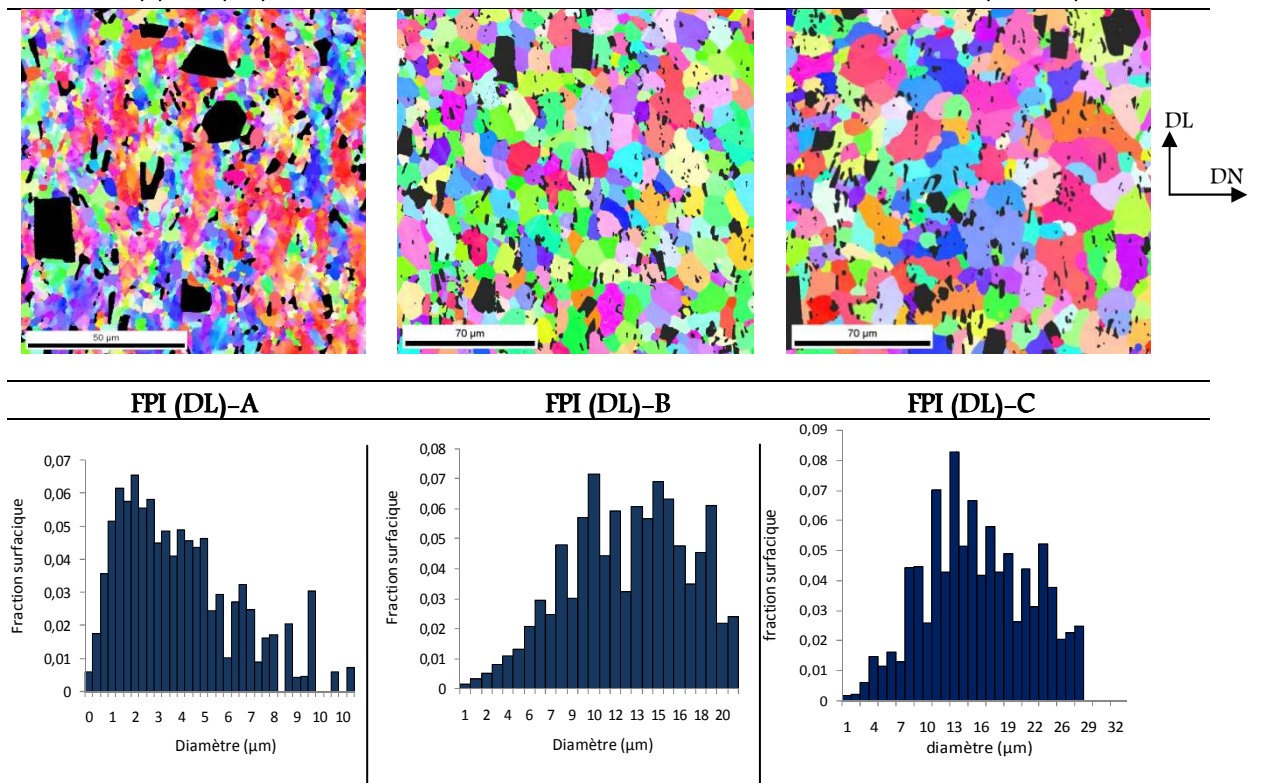
Ces cartographies de FPI mettent en évidence l'aspect général et la morphologie des grains de ferrite qui apparaissent globalement équiaxes. Le Tableau 13 récapitule la taille moyenne de grains estimée (en diamètre équivalent) pour chacun des 3 matériaux sur les deux plans examinés. Les grains de la matrice du composite A sont nettement plus petits que ceux des composites B et C, avec une taille moyenne pouvant être estimée à 4µm, alors qu'elle est de 13 et de 18µm pour les composites B et C respectivement.

Tableau 13 : taille moyenne de grains de la matrice sur les sections de normale DN et de normale DT des composites de l'étude

	A	B	C
Section (DLDT)	3,6 µm	12µm	17,5 µm
Section (DLDN)	4µm	13,7µm	17,9 µm

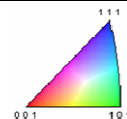


(a) FPI (DL) et distributions de taille de grains de la matrice sur le plan (DL, DT)



(b) FPI (DL) et distributions de taille de grains de la matrice sur le plan (DL, DN)

Figure 57 : Cartographies de FPI (DL) sur le plan (a) (DLDT) et (b) (DLDN) de la matrice ferritique et distributions correspondantes de la fraction surfacique en fonction de la taille de grains. (en diamètre équivalent), pour les composites A, B et C.



III.1.2.2 Désorientations dans la matrice

La figure 58 représente le tracé de la distribution des désorientations dans la ferrite, permettant de distinguer les joints de forte désorientations HAGB's ($\theta > 15^\circ$), définissant les joints de grains « classiques », des joints faiblement désorientés LAGBD's ($2^\circ < \theta < 15^\circ$) révélateurs de structuration ou fragmentation intragranulaires. Quantitativement, la superposition sur un même graphe, des histogrammes de distribution d'angles de désorientations θ de la matrice ferritique pour les différentes nuances de l'étude (Figure 59), montre des distributions similaires pour les composites à gros grains B et C, centrées sur les fortes valeurs d'angle, typiques d'un matériau recuit, alors que l'histogramme de la nuance A à petits grains de ferrite est plutôt centré sur les faibles valeurs d'angle avec un pic important pour $\theta < 3^\circ$, non existant sur les histogrammes des composites B et C. Les « petits grains » de la nuance A semblent ainsi souvent résulter de la fragmentation de grains plus gros, comme le suggère la Figure 58. Ces différences entre le composite A, laminé à chaud, et les deux composites recuits B et C, résultent probablement du mode d'élaboration de chacune des trois nuances (cf. §II.1.1.2).

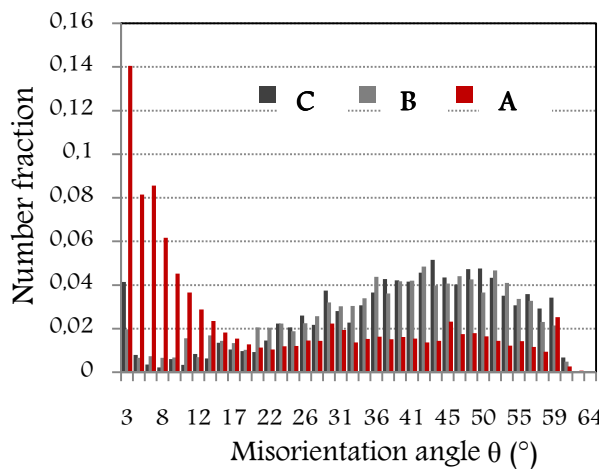
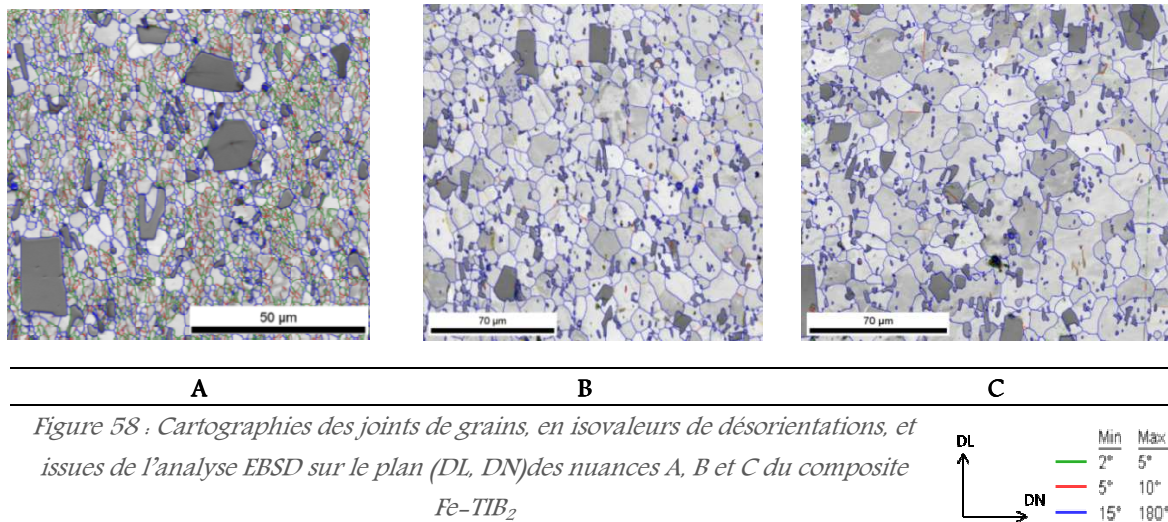
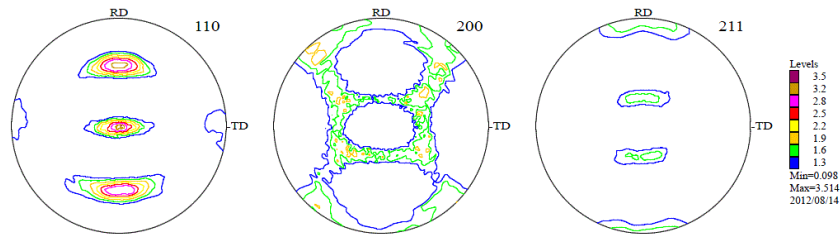


Figure 59 : Distributions des angles de désorientations présentes dans la matrice ferritique, issues des analyses EBSD des composites A, B et C sur le plan (DL, DN).

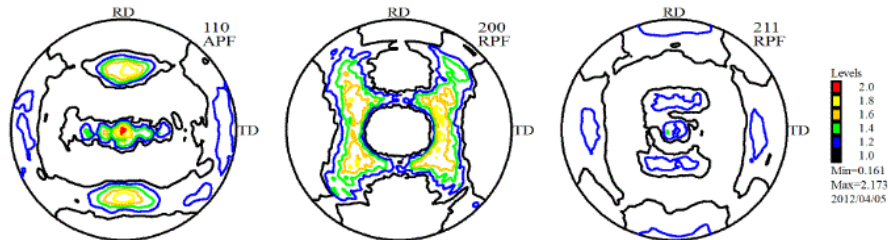
III.1.2.3 Caractérisation de la texture de la matrice

L'analyse par DRX de la texture initiale de la matrice ferritique des différentes nuances du composite Fe-TiB₂ est présentée ci-dessous par les figures de pôles {110}, {200} et {211} mesurées sur le plan de la tôle (DL, DT) et donnée par la figure 60. La texture initiale de la matrice des 3 matériaux étudiés est qualitativement semblable, avec un léger renforcement de l'orientation de DN selon la direction de type <110> et de DL selon <112>. La texture du composite A est légèrement plus marquée avec une intensité de densité de pôles maximale de 3,5 alors qu'elle est de 2 et de 1.5 pour les composites B et C respectivement. Néanmoins, la texture initiale de la matrice ferritique reste relativement faible pour les trois matériaux.

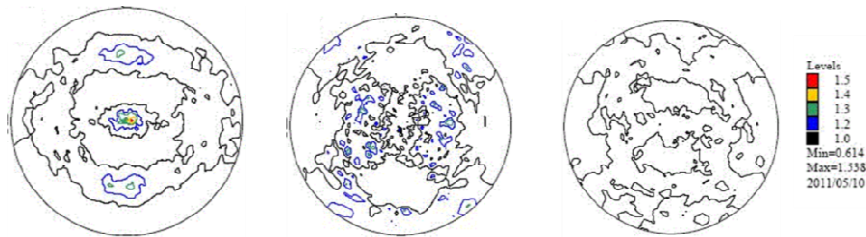
Les textures calculées par OIM pour les différentes matrices, à partir des analyses EBSD effectuées sur le plan (DL, DT), sont qualitativement cohérentes avec celles mesurées par DRX, comme le montre la Figure 61 dans le cas du composite B.



Figures de pôles mesurées par DRX sur plan (DLDT) de la matrice ferritique du composite A



Figures de pôles mesurées par DRX sur plan (DLDT) de la matrice ferritique du composite B



Figures de pôles mesurées par DRX sur plan (DLDT) de la matrice ferritique du composite C

Figure 60 : Figures de pôles {110}, {200} et {211} mesurées par DRX de la matrice ferritique des différents composites de l'étude

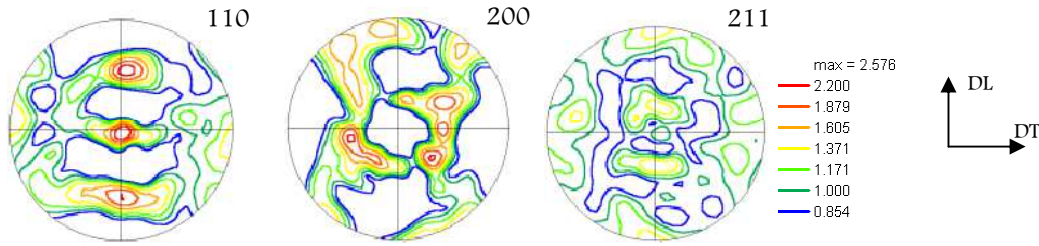


Figure 61: Figures de pôles $\{110\}$, $\{200\}$ et $\{211\}$ calculées par OIM, à partir d'analyse EBSD sur plan (DL, DT) de la matrice ferritique du composite B

III.1.3 Conclusion

Les résultats précédents ont permis d'obtenir les principales caractéristiques de la microstructure initiale des composites qui peuvent se résumer de la façon suivante :

- ✖ Les différentes nuances de composites Fe-TiB₂ contiennent une fraction surfacique moyenne de 11% en particules, cohérentes avec les données du fournisseur.
- ✖ Les particules, qui sont dans les différentes nuances distribuées de façon assez homogène, sont réparties en deux familles entremêlées, les « petites » (PP) et les « grosses » (GP), occupant chacune la moitié environ de leur fraction surfacique. En combinant les caractérisations effectuées sur des sections perpendiculaires, on peut schématiquement assimiler les GP à des prismes droits à base hexagonale de côté a_H et de hauteur h , avec $a_H = 4,5 \mu\text{m}$ et $h = 9\mu\text{m}$ en moyenne, et assimiler les PP à des ellipsoïdes de grand axe $a_E = 3,4\mu\text{m}$ et petit axe $b_E = 1,7\mu\text{m}$ en moyenne, comme schématisé sur la Figure 62.

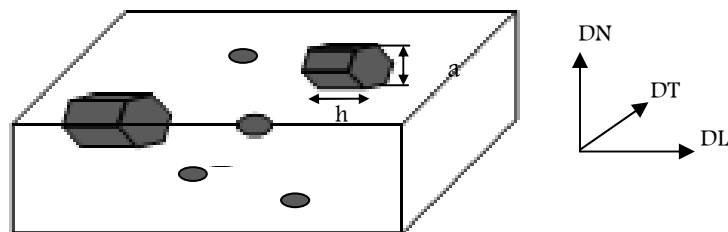


Figure 62 : Schéma de la morphologie des particules TiB₂ des composites de l'étude

- ✖ Une texture cristallographique marquée des particules, avec une orientation préférentielle de l'axe c de la maille hexagonale selon la direction de laminage de la tôle.
- ✖ Les particules TiB₂ ne sont pas toutes monocristallines. Certaines d'entre elles sont polycristallines, résultant parfois d'agrégation de plusieurs particules durant le procédé d'élaboration.
- ✖ Les grains de la matrice d'acier ferritiques ont globalement équiaxes dans les trois nuances de composites, qui diffèrent essentiellement par leur taille de grains en moyenne égale à 4, 13 et 18 μm pour les composites A, B et C respectivement.

- ✘ La texture de la matrice est globalement faible bien que légèrement plus prononcée pour le composite A.
- ✘ La distribution des désorientations cristallines dans la matrice est similaire pour les deux composites B et C, composée majoritairement de joints à fortes désorientations, classique pour des matériaux recuits, tandis que le composite A contient une forte proportion de joints faiblement désorientés probablement formés au cours de l'étape finale de laminage à chaud.

III.2 Aciers ferritiques non renforcés F1 et F2

III.2.1 Morphologie et taille moyenne et des grains

L'examen microstructural des deux aciers ferritiques F1 et F2 sur le plan de la tôle (DL, DT) (Figure 63.a et b) et la section longitudinale (DL, DN) (Figure 63.e et f) est réalisé à l'aide des mesures EBSD présentées sur la Figure 63. Il est à noter que l'analyse sur le plan (DL, DN) concerne la moitié de l'épaisseur totale de la tôle (égale à 0,75mm et 2mm pour F1 et F2 respectivement). Les histogrammes de distribution de taille de grains calculés par OIM sont également présentés pour F1 (Figure 63.c et d) et F2 (Figure 63.g et h) sur cette même figure.

L'acier F1 présente un gradient de taille de grains dans l'épaisseur significatif (Figure 63.e), avec des grains plus gros à $\frac{1}{4}$ épaisseur. Cet aspect est moins évident pour l'acier F2 qui présente toutefois des grains de ferrite nettement plus allongés selon la direction de laminage (Figure 63.f).

La taille moyenne de grains des aciers F1 et F2, estimée à partir de ces analyses EBSD sur les sections de normale DT et DN, est récapitulée dans le Tableau 14. Globalement les grains de l'acier F1 sont plus petits et présentent une taille moyenne plus proche de la matrice du composite C (cf. Tableau 13).

Tableau 14 : taille moyenne de grains estimées à partir des analyses EBSD pour les deux aciers F1 et F2

	F1	F2
Section (DLDT)	20 μm	21 μm
Section (DLDN)	16 μm	40 μm

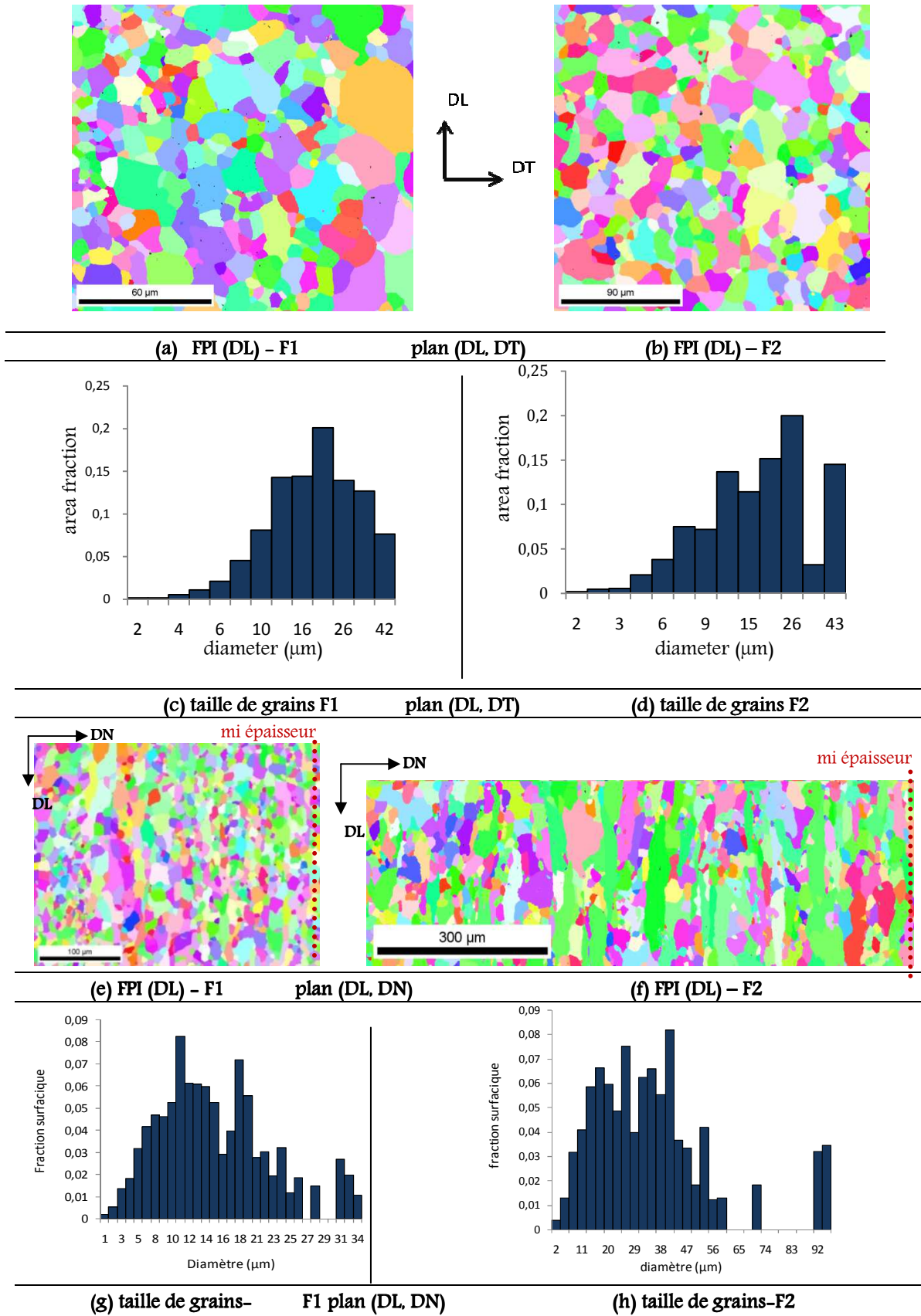


Figure 63 : Cartographies d'orientations des grains de la direction DL et distribution de taille de grains, issues des mesures EBSD des deux aciers ferritiques. sur le plan (a-d) (DL, DT) et (e-h)(DL, DN)



III.2.2 Texture cristallographique globale

La Figure 64 présente les mesures par DRX de la texture initiale des aciers ferritiques F1 et F2 sur le plan de la tôle (DL, DT). Ces textures sont données à la fois par les figures de pôles et par la coupe à $\Phi 2=45^\circ$ de la Fonction de Distribution d'Orientations (FDO).

Les deux aciers ferritiques présentent une texture initiale qualitativement similaire, typique des aciers ferritiques laminés (Wauthier 2008) et à basse teneur en carbone avec la présence, sur la coupe de la FDO, de fibre α ($\langle 110 \rangle // DL$) partielle et γ ($\{111\} // DN$), les intensités étant maximales dans la fibre γ pour les deux aciers. Quantitativement, la texture initiale de l'acier F1 laminé à froid est nettement plus marquée que celle de l'acier F2 laminé à chaud comme le montrent les valeurs maximales de la FDO ($\max(F1)=12$ et $\max(F2)=6.5$).

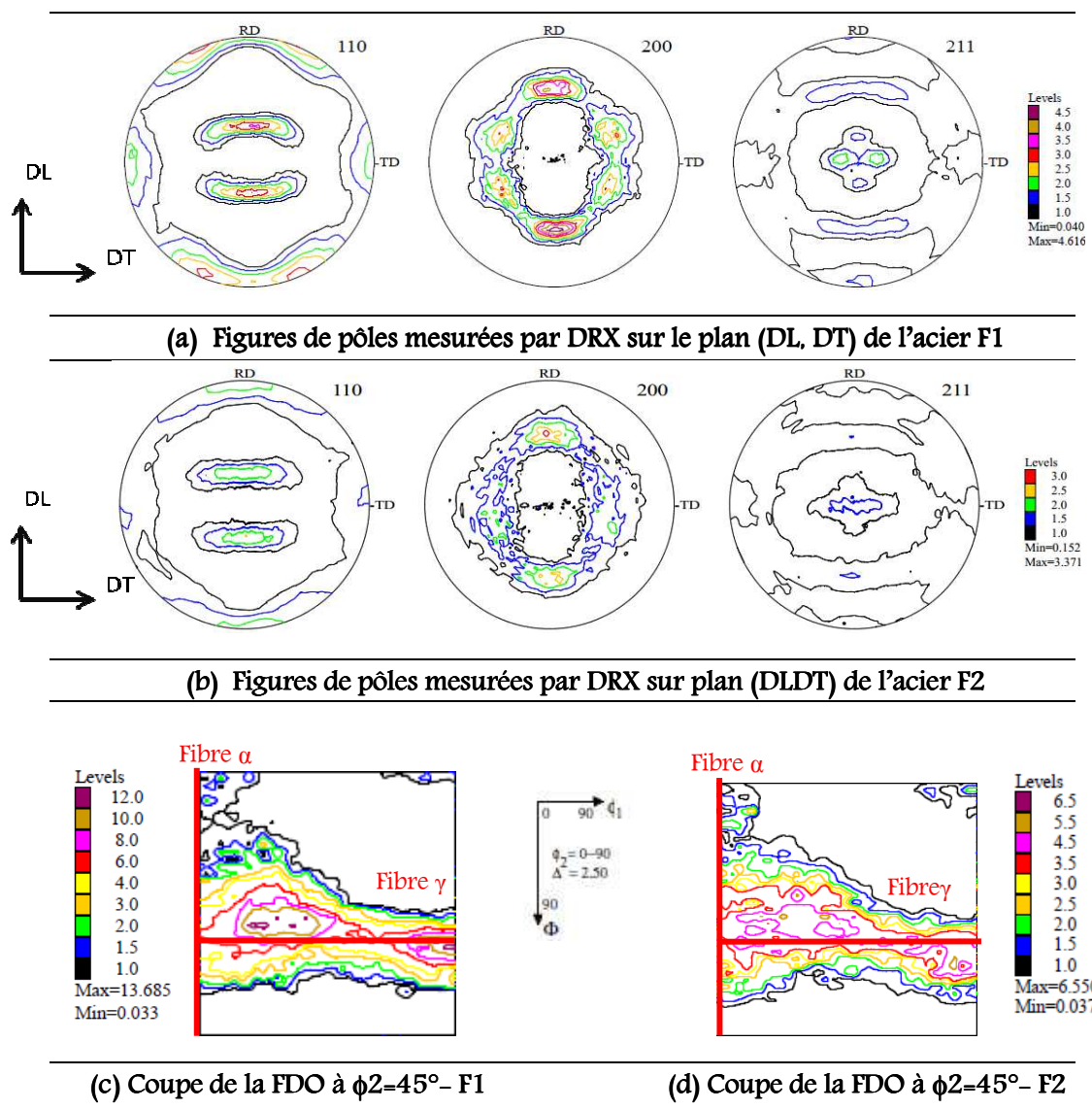


Figure 64 : (a), (b) Figures de pôles (110); (200) et (211) et (c), (d) coupe de l'ODF à $\phi 2=45^\circ$ de l'acier F1 et F2

III.3 Bilan de synthèse de l'état initial

L'analyse de la microstructure initiale des composites Fe-TiB₂ ainsi que celle des aciers ferritiques de référence a permis de mettre en évidence les principales caractéristiques morphologiques et cristallographiques des différents matériaux :

- ✖ Une forte texture cristallographique et morphologique des particules TiB₂ dans les composites avec l'axe c majoritairement parallèle à la direction de laminage DL de la tôle. Deux familles de particules de taille et forme différentes peuvent être distinguées. De plus, certaines particules sont polycristallines. Une petite (environ 3%) fraction numérique de particules est déjà rompue à l'état initial.

- ✖ Une texture cristallographique de la matrice des composites globalement faible, d'après les mesures par DRX. Les analyses EBSD effectuées sur différents plans de la tôle ont mis en évidence des grains relativement équiaxes, de taille moyenne 4, 13 et 18 µm pour les composites A, B et C respectivement. La matrice des composites B et C contient essentiellement des joints de forte désorientation typiques d'un état recuit, tandis que le composite A contient surtout des joints à faible désorientation évoquant la structuration ou fragmentation de grains au cours du laminage à chaud.

- ✖ Une texture cristallographique, mesurée par DRX, marquée des deux aciers ferritiques de référence et rappelle celle classiquement obtenues sur les aciers ferritiques laminés. Les mesures EBSD sur le plan (DL, DT) et sur la section longitudinale (DL, DN) mettent en évidence des grains globalement allongés selon DL, surtout pour l'acier F2. Les tailles moyennes de grains des deux aciers sont comparables sur le plan de la tôle et nettement plus élevés pour F2 sur la section longitudinale.

Comparaison entre la matrice du composite et les aciers F1 et F2

Tenant compte de l'ordre de grandeur de la taille moyenne de grains de ferrite des aciers F1 et F2, ces deux aciers seraient à considérer comme référence à la matrice du composite C. La taille et la morphologie des grains de F1 s'avèrent plus proches de celle de la matrice du composite C sur les différents plans analysés, cet acier est donc à privilégier lors d'une éventuelle comparaison avec la matrice du composite C. Toutefois, d'un point de vue texture cristallographique, la texture des aciers F1 et F2 est plus marquée et qualitativement différente de celle de la matrice du composite C. Dès lors, la considération de l'acier F1 comme état de référence de la matrice du composite doit être faite avec précaution.

Chapitre IV.

Analyse du comportement mécanique et modélisation

Introduction

Lors des opérations de mise en forme des matériaux, différents types de chargement, autres que celui du trajet monotone, sont généralement mis en jeu. La caractérisation du comportement mécanique des composites Fe-TiB₂ en chargement complexe s'avère donc indispensable pour analyser leurs performances en mise en forme.

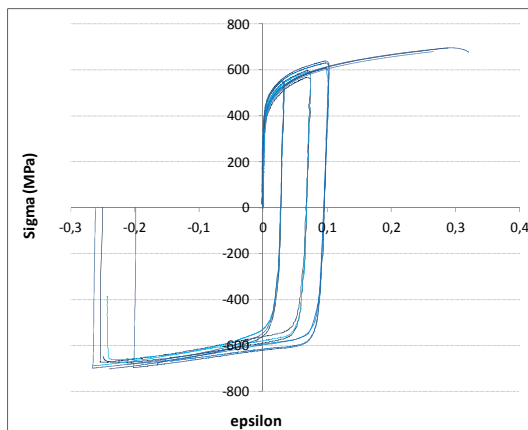
Des essais de cisaillement simple monotone et inversés après différentes prédéformations et jusqu'à de grandes amplitudes de déformations ($\gamma=50$ à 80%) sont réalisés sur les nuances A, B et C des composites Fe-TiB₂ (de taille de grains de matrice respectives 4, 13 et 18 μm) et sur les deux aciers ferritiques de référence, afin d'analyser les spécificités de l'écrouissage des composites en chargement monotone et inversé, avec une attention particulière sur l'effet de taille de grains de ferrite et l'effet des renforts sur le comportement de ces composites.

L'application d'une modélisation phénoménologique de l'écrouissage des composites à partir de celui de la matrice est présentée en fin de chapitre.

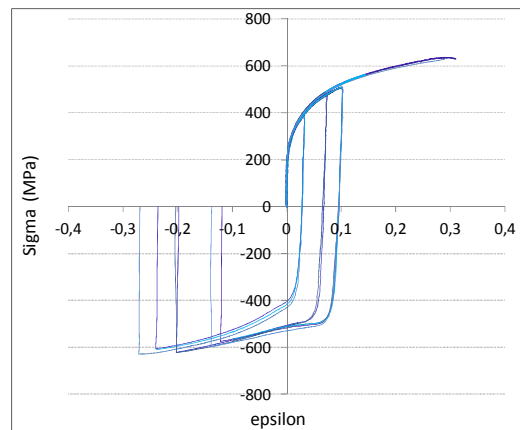
IV.1. Courbes de cisaillement simple

IV.1.1. Composites Fe-TiB₂

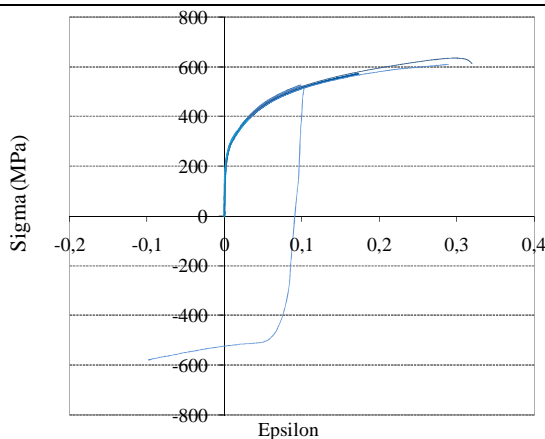
Pour une amplitude de déformation donnée, les essais de cisaillement ont été répétés plusieurs fois (3 fois en moyenne), dans la limite de la quantité de matière disponible. Les courbes déformation équivalente ε -contrainte équivalente σ sont récapitulées pour les différentes nuances de composites sur la figure 64. Une dispersion sur les courbes brutes est repérable et semble plus importante dans le cas du matériau A. L'écart relatif maximal sur les valeurs de contraintes a été estimé à $\Delta\sigma/\sigma \approx 11\%$ dans le cas du composite A et à $\Delta\sigma/\sigma \approx 6\%$ dans le cas du composite B. Une dispersion expérimentale des courbes de comportement mécanique avait été notée dès les travaux préliminaires sur les composites Fe-TiB₂ (Courleux and Gaspérini 2007) et (Schulz and Gaspérini 2009) et attribuée à la variabilité des hétérogénéités microstructurales, inhérente au matériau.



A



B



C

Figure 65 : Courbes brutes contrainte équivalente-déformation équivalente des essais de cisaillement simple réalisés selon la direction transverse pour les composites A, B et C.

Il est à noter que le faible nombre d'essais réalisés notamment en inversé sur la nuance C du composite Fe-TiB₂ ($\gamma^+ = 17\%$ uniquement) est lié aux quantités de matières disponibles limitées pour ce matériau. De ce fait, pour la suite du travail, l'analyse du comportement mécanique des

composites portera uniquement sur les nuances A et B, en sachant que les nuances à gros grains de ferrite B et C présentent un comportement très semblable, comme le montre la Figure 66.

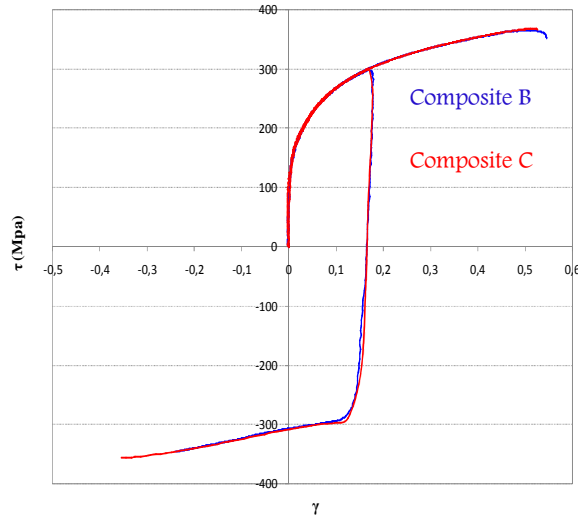


Figure 66 : comparaison des courbes de cisaillement des composites B et C.

Pour la suite de travail, une courbe « moyenne » a été sélectionnée pour chaque état de déformation. La Figure 67 récapitule l'ensemble de ces courbes de cisaillement selon la direction DT pour le cisaillement monotone, et pour le cisaillement inversé après des amplitudes de prédéformations de $\gamma^+ = 5\%$, 12%, 17% et 35% pour les composites A et B. Les niveaux de contraintes dans le cas du composite A sont plus élevés que ceux des composites B et C. Pour les différents composites considérés, une stagnation temporaire de l'écrouissage est perceptible après inversion du sens de sollicitation.

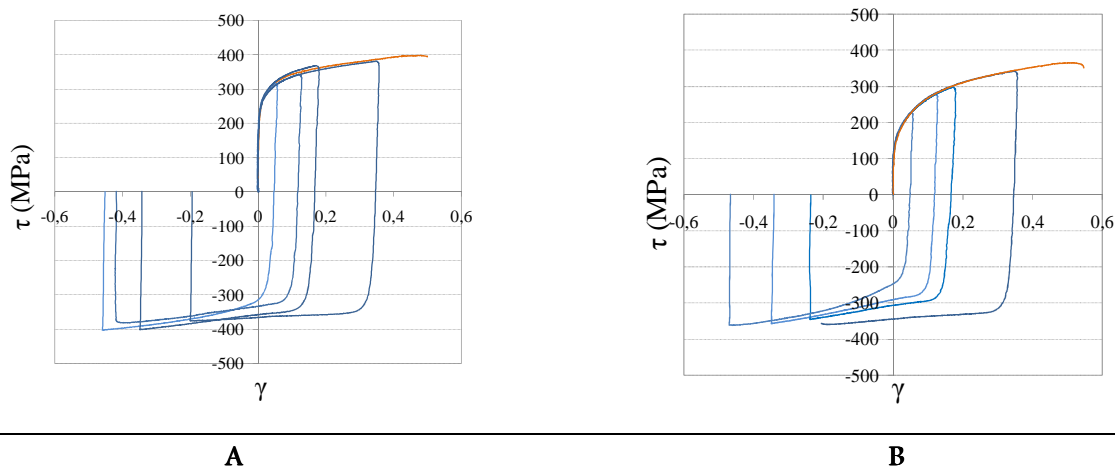


Figure 67 : Courbes moyennes contrainte-déformation en cisaillement simple monotone et inversé des trois nuances A, B et C de composites Fe-TiB₂

Par ailleurs, compte tenu de la forte texture morphologique des particules TiB₂, quelques essais de cisaillement monotone et inversé ont été réalisés selon la direction de laminage du composite B, afin de statuer sur l'isotropie du comportement global des composites Fe-TiB₂.

Sur La Figure 68 sont récapitulés les essais de cisaillement selon la direction DT (en bleu) et DL (en rouge) dans le cas du composite B. Les essais monotones présentés sont réalisés jusqu'à rupture macroscopique des éprouvettes.

Globalement, on note une faible anisotropie en contraintes du comportement du composite Toutefois, les amplitudes de déformations maximales atteintes dans le cas du cisaillement DL sont légèrement plus importantes que celles obtenues en cisaillement DT.

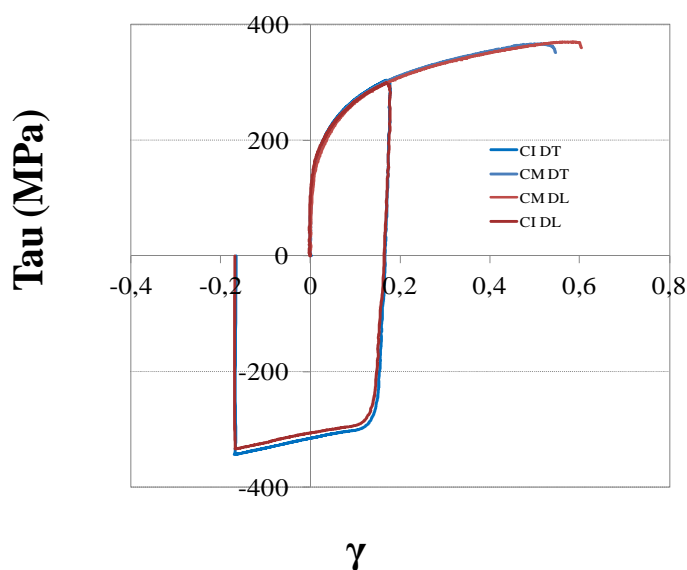


Figure 68. Comparaison du comportement global en cisaillement simple monotone (CM) et inversé (CI) selon DL et DT du composite B.

IV.1.2. Aciers ferritiques de référence

La Figure 69 récapitule les essais de cisaillement simple monotone et inversés selon la direction DT après des amplitudes de prédéformations de $\gamma^+=5\%$, 17% et 35% pour les deux aciers ferritiques F1 et F2. Ces courbes montrent, après l'inversion du sens de sollicitation, la présence d'un régime transitoire de l'écroutissage dont la taille augmente lorsque γ^+ augmente et qui devient un palier étendu pour les grandes prédéformations.

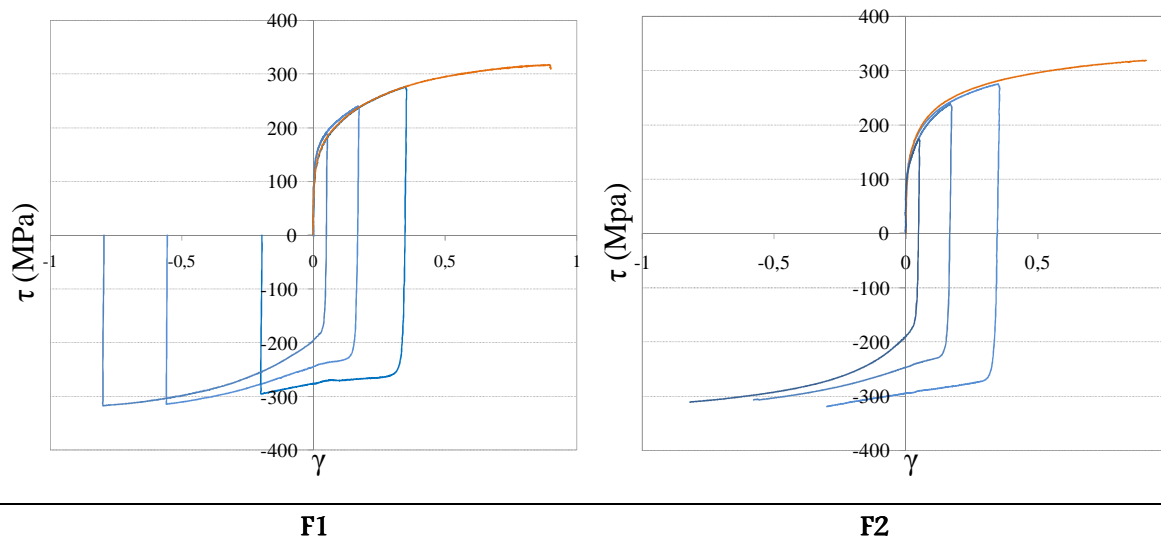


Figure 69 : Courbes contrainte-déformation en cisaillement simple monotone et inversé des deux aciers ferritiques F1 et F2.

La superposition sur un même graphique des courbes de cisaillement simple monotone des deux aciers (Figure 70) montre que les niveaux de contraintes sont globalement proches entre les deux aciers, les différences entre les courbes étant de même ordre de grandeur que la dispersion expérimentale. La tendance à la saturation de l'écroutissage est légèrement plus marquée pour l'acier F2 à fortes déformations. Compte-tenu de la faible différence de comportement des deux aciers jusqu'aux valeurs de cisaillement monotone accessibles pour les composites, et du fait que la comparaison du comportement des composites et des aciers de référence vise essentiellement à dégager l'effet d'ajout de particules TiB_2 sur le comportement global à taille moyenne de grains donnée, l'acier F1 est désormais considéré comme l'état de référence dans l'analyse du comportement mécanique des composites Fe- TiB_2 qui fait l'objet du paragraphe suivant.

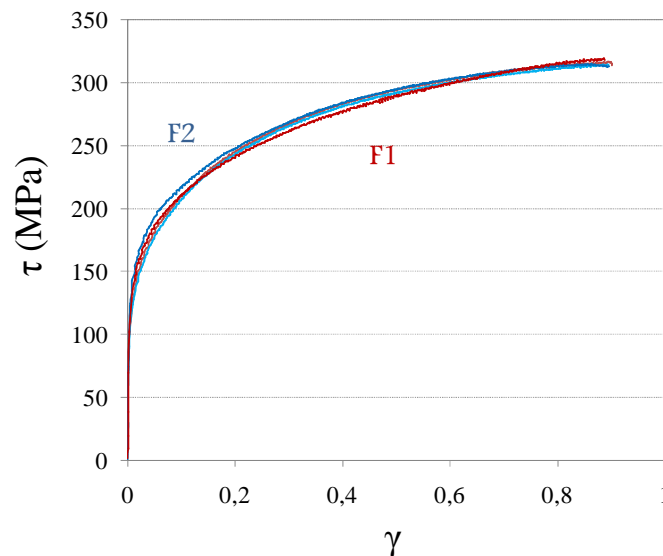


Figure 70 : comparaison du comportement en chargement monotone des deux aciers F1 et F2

IV.2. Analyse et discussion du comportement mécanique

Les résultats précédents permettent de comparer jusqu'à l'initiation de la rupture macroscopique, le comportement des composites entre eux et à celui de l'acier non renforcé afin de dégager les effets respectifs de renfort et de taille de grains de la matrice sur le comportement en cisaillement selon DT.

La rupture macroscopique en cisaillement s'initie par des fissures sur les bords libres de l'éprouvette proches de la zone de serrage le long de laquelle elles se propagent. L'essai de cisaillement simple ne se prête donc pas aisément à l'étude de la rupture. Les essais ont donc été arrêtés dès le début de la chute de contrainte correspondant à l'amorce de fissures.

La comparaison des courbes contraintes déformation correspondantes des composites A B et de l'acier F1 (Figure 71) montre des déformations plastiques significatives avant rupture des deux composites (de l'ordre de 26 % en déformation plastique équivalente), quoique nettement plus faibles que l'acier non renforcé. Cette figure suggère également que le composite A présente une déformation maximale avant rupture légèrement plus faible que celle du composite B (écart relatif en γ de $\approx 6\%$). Toutefois, cet aspect mériterait d'être confirmé en raison de la faible statistique sur les essais menés jusqu'à rupture.

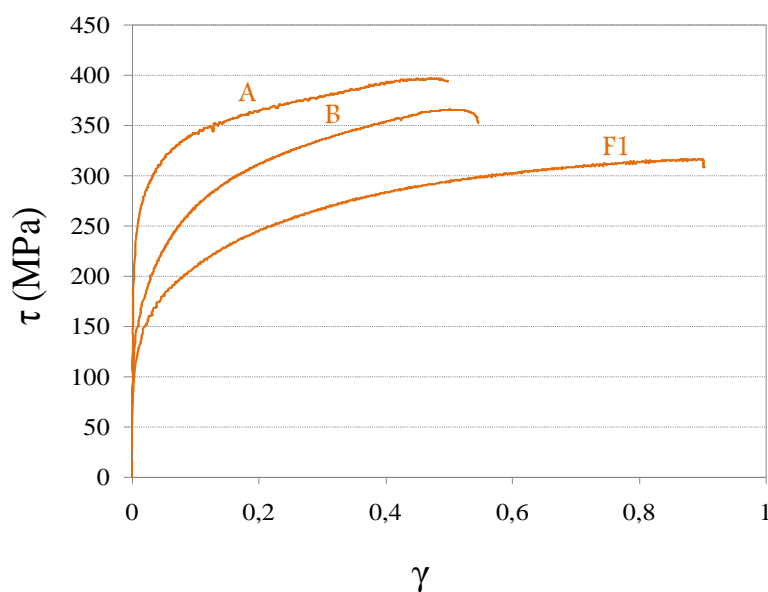


Figure 71 : Courbes représentatives de contraintes-déformation de cisaillement jusqu'à initiation de rupture macroscopique des composites A et B et de l'acier F1

La comparaison de l'érouissage des différents matériaux, en cisaillement monotone et inversé, nécessite le traitement numérique à l'aide de routines Matlab des courbes brutes (τ, γ). A l'issue de ce traitement, on peut tracer l'évolution de la contrainte de cisaillement avec le glissement plastique γ_p ou le taux d'érouissage $\theta = d\tau/d\gamma_p$. La contrainte initiale d'écoulement plastique, en

chargement monotone et après inversion du sens de sollicitation, est déterminée avec un offset défini par 0.1% de déformation plastique équivalente au sens de Von Mises.

IV.2.1. Écrouissage des composites en chargement monotone

La Figure 72 présente les courbes d'écrouissage $\tau=f(\gamma_p)$ en chargement monotone pour les différents matériaux de l'étude qui montre clairement que les composites présentent des niveaux de contrainte plus élevés que l'acier non renforcé.

La comparaison des courbes contrainte-déformation plastique des composites A et B montre que la diminution de la taille de grain de la matrice à fraction volumique de renforts donnée conduit à une augmentation considérable de la limite d'élasticité en cisaillement τ_0 ($\approx 35\%$) et des niveaux de contraintes.

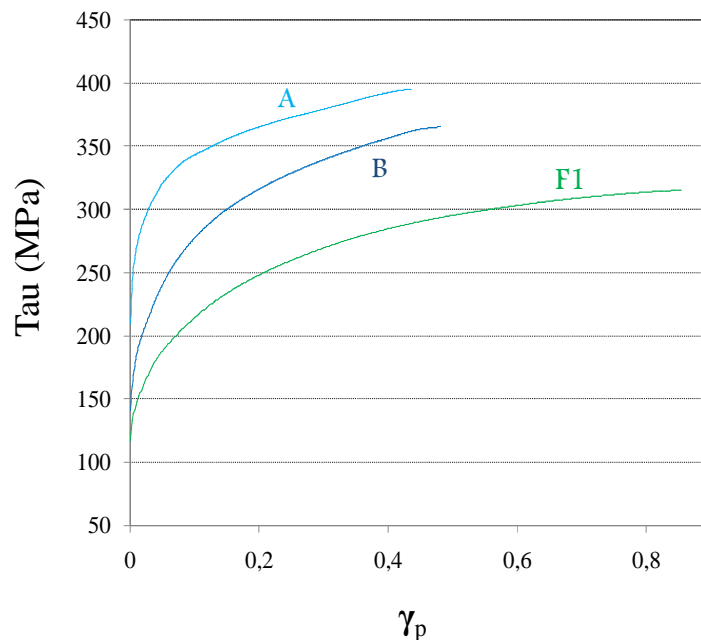


Figure 72 : Comparaison des courbes d'écrouissage $\tau=f(\gamma_p)$ en cisaillement simple monotone des composites A et B et de l'acier F1

Lorsque l'on soustrait l'influence du durcissement initial (Figure 73), on constate une diminution plus rapide de l'écrouissage du composite A à partir d'une déformation de cisaillement $\gamma \approx 10\%$, ce qui montre la limitation de l'écrouissage par diminution de la taille de grains, et pourrait être également corrélé à une augmentation plus rapide de l'endommagement des particules (cf. § V.1.3.1.2).

La comparaison des courbes d'écrouissage du composite B et de l'acier F1 (Figure 73) montre, à taille de grains voisine, l'augmentation des niveaux de contrainte due à l'ajout des particules TiB_2 . Ainsi on peut estimer que le durcissement relatif induit par les renforts passe typiquement de 40% à 26% pour $\gamma = 0,1$ et $\gamma = 0,4$ respectivement.

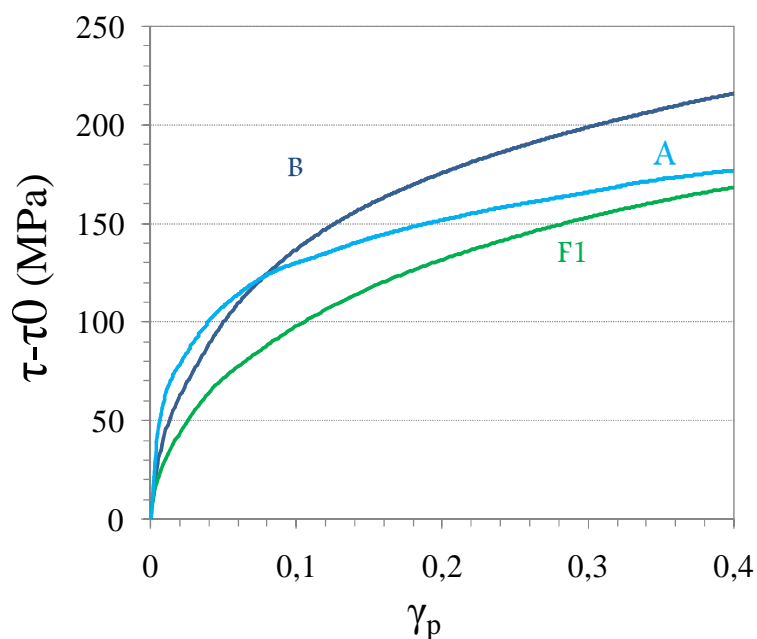


Figure 73 : Evolution de l'écrouissage $\tau - \tau_0$ avec la déformation plastique en cisaillement simple des composites A et B et de l'acier F1

La Figure 74 montre l'évolution du taux d'écrouissage $d\tau/d\gamma_p$ avec la déformation plastique de cisaillement γ_p . Le taux d'écrouissage initial (détail de la Figure 74) du composite A est supérieur à celui du composite B et de l'acier F1 jusqu'à $\gamma \approx 1,2\%$. Au-delà, il décroît plus rapidement jusqu'à devenir inférieur à celui des matériaux B et F1.

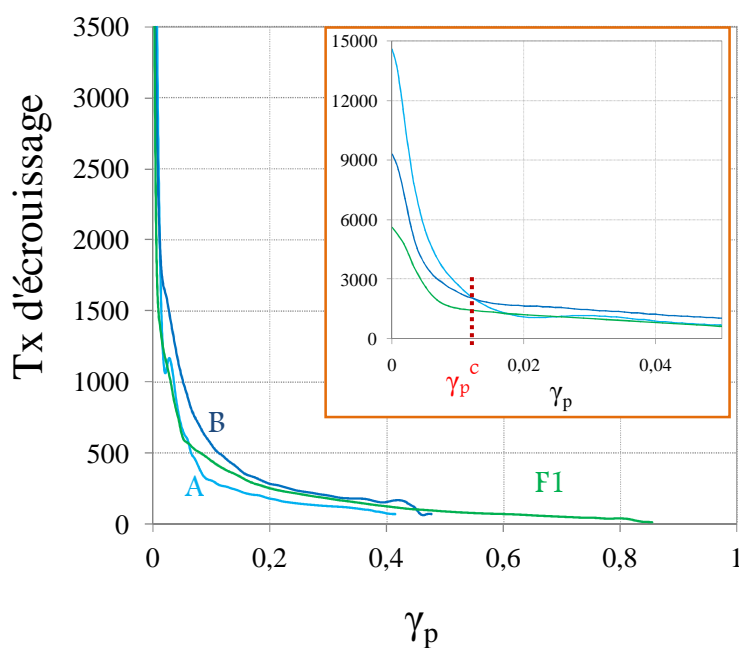


Figure 74 : Comparaison de l'évolution du taux d'écrouissage $\tau = f(\gamma_p)$ en cisaillement simple monotone pour les composites A et B et l'acier F1

L'effet de taille de grain sur l'accroissement de la contrainte d'écoulement et l'augmentation du taux d'écroutissage initial sont cohérents avec les travaux de (Aouafi, 2009), réalisés sur les aciers IF de taille de grain variant entre 3,5 et 22 μm et ceux de (Calcagnotto, Ponge et al. 2010) réalisés sur des aciers de type DP pour des tailles de grain qui varient entre 2,1 à 12,4 μm .

IV.2.2. Ecroutissage des composites en chargement inversé

Afin d'analyser l'écroutissage en chargement inversé, il est commode de représenter la valeur absolue de la contrainte en fonction de la déformation cumulée.

La superposition sur un même graphe des courbes de cisaillement monotone et inversé des composites A et B (Figure 75) montre que ces composites présentent, après inversion du sens de chargement, un effet Bauschinger marqué, la contrainte d'écoulement après l'inversion du sens de chargement étant inférieure à celle correspondant à la même déformation cumulée en chargement monotone. De plus, un régime transitoire, caractérisé par une quasi-stagnation temporaire de l'écroutissage se manifeste après l'inversion, ainsi qu'une tendance à l'adoucissement permanent après reprise de l'écroutissage. Ces phénomènes sont faibles dans le cas de la prédéformation $\gamma=5\%$, et sont d'autant plus marqués que la prédéformation est plus importante.

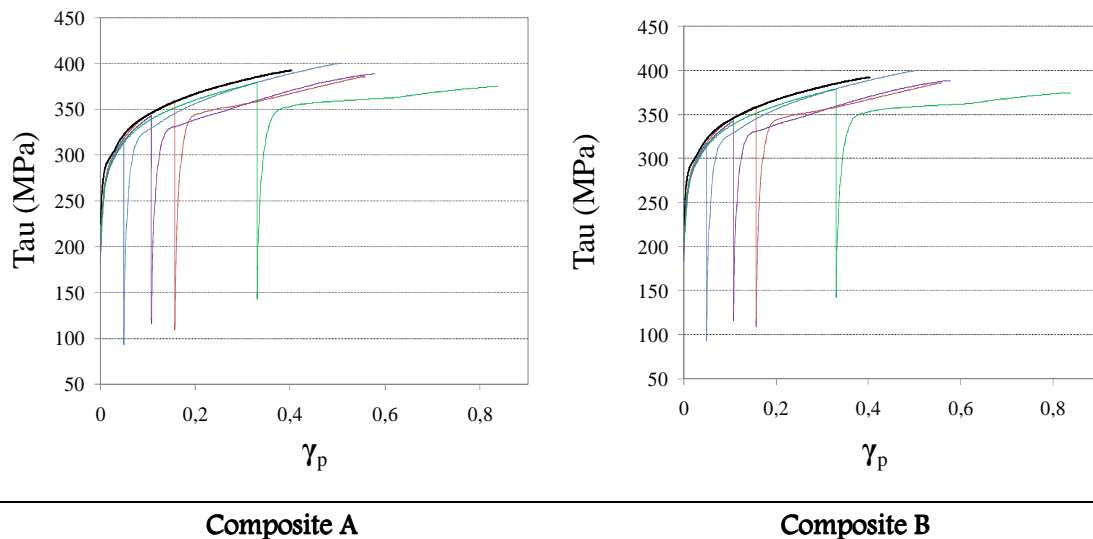


Figure 75 : Courbes contrainte-déformation plastique γ_p cumulée en cisaillement simple monotone et inversé des composites A et B

Sur la Figure 76 sont reportées les courbes contrainte-déformation plastique cumulée de l'acier F1 en chargement monotone et inversé. Un effet Bauschinger significatif est visible dès les faibles prédéformations. Après un régime transitoire de quasi-stagnation d'écroutissage, d'autant plus marqué que la prédéformation est importante, les niveaux de contraintes rejoignent la courbe de cisaillement monotone, sauf pour les plus fortes prédéformations ($\gamma^+=35\%$) où subsiste un adoucissement « permanent » pour les plus fortes déformations obtenues.

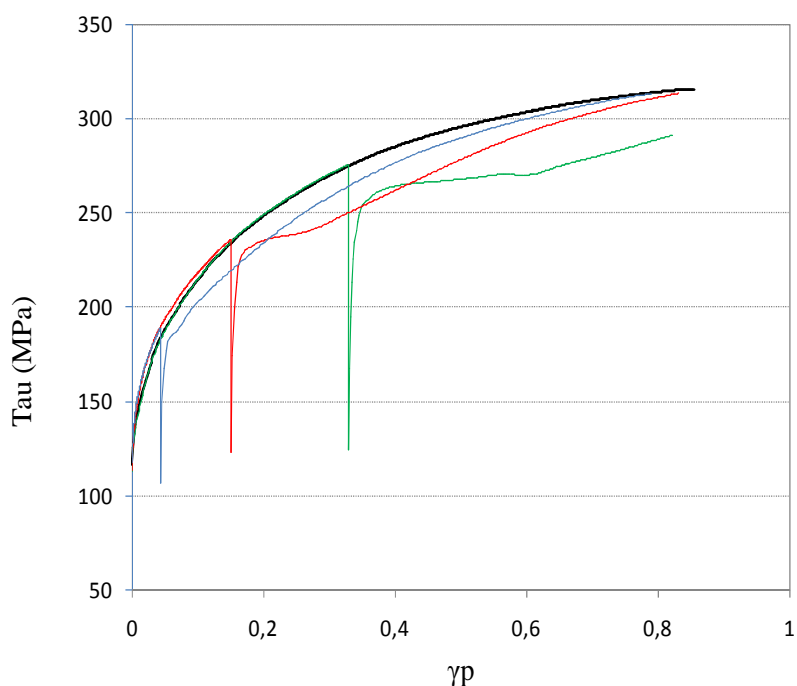


Figure 76 : Courbes contrainte-déformation plastique γ_p cumulée en cisaillement simple monotone et inversé de l'acier ferritique FI

La comparaison des Figure 75 et Figure 76 montre que les effets spécifiques de changement de sens de chargement (i.e. l'effet Bauschinger et le régime transitoire de l'écrouissage), connus pour les aciers de type ferritiques après de fortes prédéformations (Rapport 3DS 2001), (Aouafi 2009), (Haddadi, Bouvier et al. 2006) sont présents également dans les composites.

L'analyse du taux d'écrouissage $\theta = d\tau/d\gamma$ et du backstress X sont utiles pour préciser et quantifier ces phénomènes.

IV.2.2.1. Evolution du taux d'écrouissage

L'évolution du taux d'écrouissage avec la déformation plastique γ_p pour les différents matériaux est tracée sur la figure 76 pour les différents matériaux. Cette figure montre que les effets transitoires de l'écrouissage s'accroissent avec la prédéformation. Après le stade transitoire, le taux d'écrouissage devient pratiquement égal au taux du chargement monotone pour la même déformation cumulée.

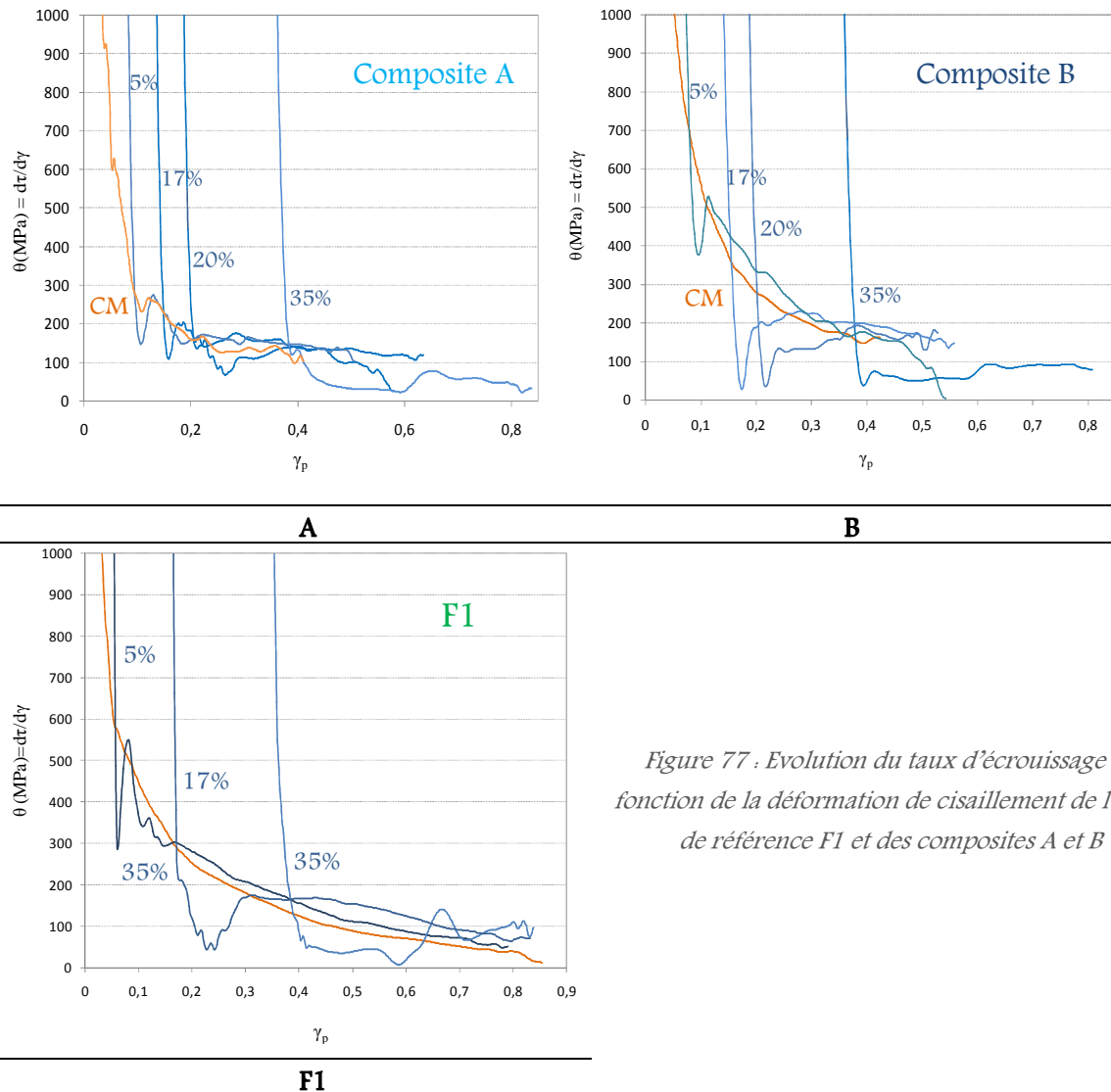


Figure 77 : Evolution du taux d'érouissage en fonction de la déformation de cisailage de l'acier de référence F1 et des composites A et B

La superposition sur un même graphe des courbes $\theta=f(\gamma_p)$ des deux composites A et B pour une prédéformation $\gamma^+=0,2$ (figure 77) montre un écart plus important entre la courbe monotone et la courbe Bauschinger dans le cas du composite B. Le régime transitoire d'érouissage est donc atténué dans le cas du composite à petits grains, ce qui peut être attribué à des effets d'obstacle (par les joints de grains) plus importants, à la plus grande difficulté de formation et/ou de déstabilisation des microstructures.

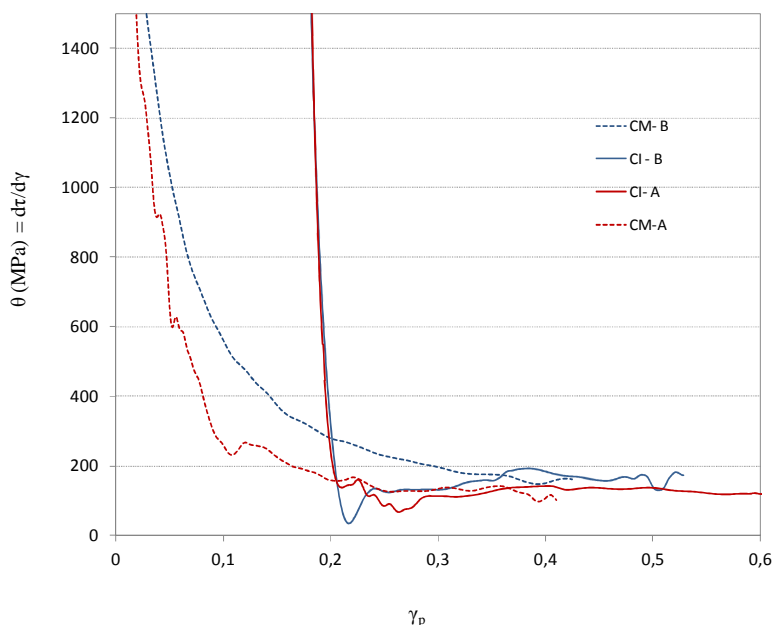


Figure 78 : Comparaison entre le taux d'érouissage des composites A et B en cisaillement monotone et inversé, (après une prédéformation $\gamma^+ = 0,2$)

IV.2.2.2. Quantification de l'effet Bauschinger

La quantification macroscopique phénoménologique de l'effet Bauschinger est effectuée à partir de l'estimation du « backstress » X , défini au §I.3.2.1 Ce paramètre est déterminé à partir des courbes de cisaillement simple inversé avec un offset de 0.1% en déformation équivalente. Les traits continus sur les différents graphes représentent des courbes de tendances.

La Figure 79 reporte les valeurs de X calculées pour les différents matériaux, à différentes amplitudes de prédéformation et montre que :

- le backstress est non négligeable dès les faibles prédéformations et croît avec la déformation pour les différents matériaux étudiés. Il est également, à prédéformation donnée, plus élevé pour les composites que pour l'acier non renforcé. Ce résultat pourrait être lié à un effet de barrière plus important induit par les renforts. Il est à noter que, dans le cas de CMM base Al (Corbin, Wilkinson et al. 1996) ont également montré un backstress plus important dans les composites que pour la matrice seule, mais pour des préformations beaucoup plus faibles ($\epsilon=3\%$ typiquement). Les auteurs évoquent l'accumulation de l'endommagement comme mécanisme de relaxation significatif conduisant à un effet Bauschinger plus important dans le composite.
- le backstress X est plus élevé pour le composite A suggérant que l'effet Bauschinger augmente avec la diminution de taille de grains de la matrice. Ce résultat est en cohérence avec les travaux expérimentaux de (Aouafi, 2009) et (Massart and Pardoën 2010) dans le cas des aciers IF (i.e. back stress augmente avec la diminution de la taille de grains de ferrite).

Cependant le backstress croît plus rapidement avec la déformation pour le composite B. Il est également à noter que le Backstress du composite A évolue peu avec la déformation étant ainsi quasiment saturé dès les faibles déformations, ce qui pourrait être lié à l'état initial de la microstructure de ce composite (cf. III.1.2.2), la plus forte proportion de joints de grains favorisant a priori un backstress plus important par effet d'obstacle. .

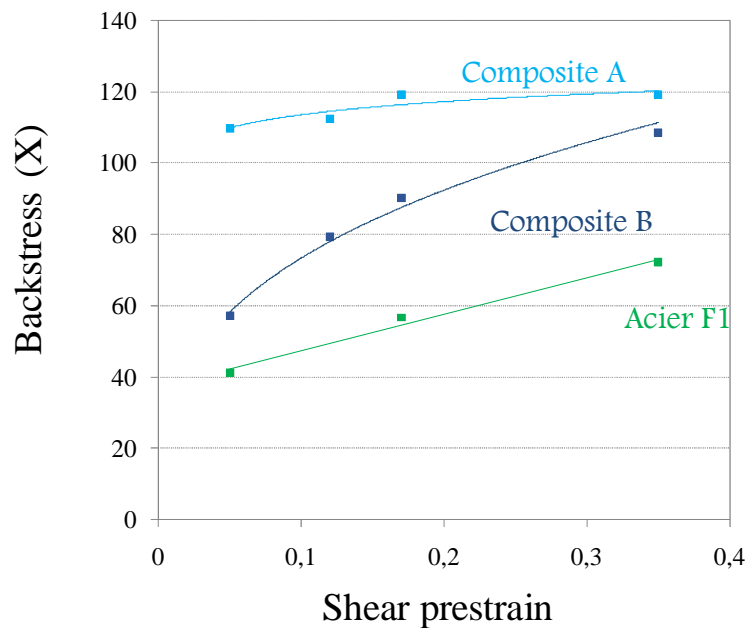


Figure 79 : Evolution du backstress en fonction de la prédéformation pour les composites A et B et pour l'acier FI

Les valeurs du backstress, quantifiées pour différentes prédéformations ont été reportées sur le graphe de la Figure 80 et superposées avec les courbes d'écrouissage $(\tau - \tau_0) = f(\gamma_p)$ des composites et de la ferrite afin d'estimer la part relative de la composante cinématique de l'écrouissage dans l'écrouissage total des différents matériaux. Ces informations quantitatives sont utiles à la modélisation du comportement des composites étudiés.

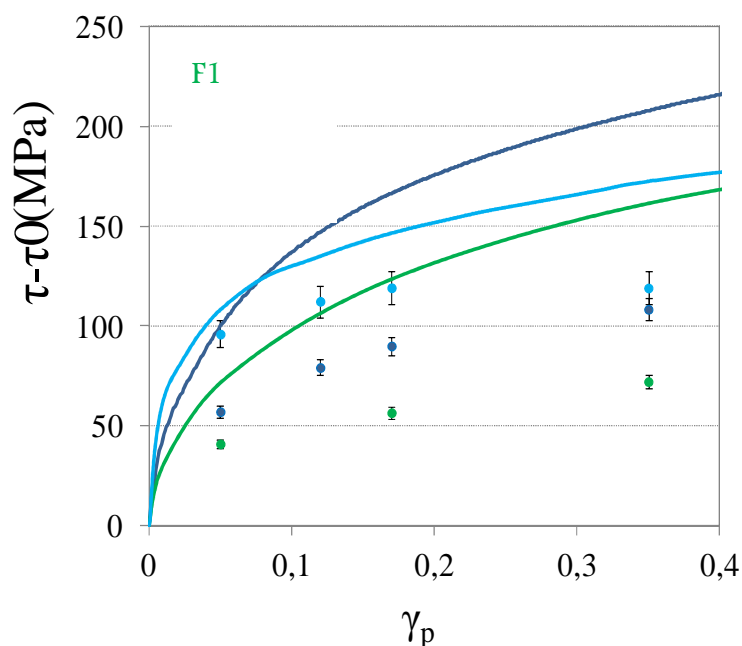


Figure 80 : Part relative du backstress X (symboles) dans l'écroutissage total $(\tau-\tau_0)$ (traits continus) en cisaillement monotone des composites A et B et de l'acier F1

La Figure 80 permet de préciser que :

- la part relative de l'écroutissage cinématique augmente avec la diminution de la taille de grain et atteint 80% et 43% pour les composites A et B respectivement après 17% de déformation de cisaillement.
- l'ajout de particules TiB_2 à la matrice ferritique entraîne une augmentation importante de la part cinématique de l'écroutissage. Cette contribution croît avec la prédéformation et ne semble pas saturer même après de grandes déformations plastiques. La comparaison des courbes pour des tailles de grains voisines montre que la part relative de l'écroutissage cinématique dans l'écroutissage total atteint 44% et 50% de l'écroutissage total, respectivement pour F1 et le composite B.

IV.2.3. Ecroutissage de l'acier non renforcé

La comparaison de la courbe d'écroutissage $\tau=f(\gamma_p)$ de l'acier F1 (assimilé à la matrice à celle d'un acier IF de référence (Figure 81) fourni par ArcelorMittal et contenant 0,2 %m de Mn, très peu de carbone (0,005 %m.), 0,04 %m de Ti (pour piéger le C, N) et du S, montre des niveaux de contraintes et un écroutissage plus important de l'acier F1. De la même manière, la comparaison des valeurs du backstress des deux matériaux, obtenues en cisaillement inversé, montre un backstress nettement plus élevé pour l'acier F1. Ces différences de comportement pourraient être attribuées, après examen de leurs compositions chimiques, à un effet de titane en solution solide dans l'acier F1. Ce dernier ayant une teneur en titane de 0,74 en pourcentage massique (cf. II.1.2), contre 0,04 pour l'IF de référence

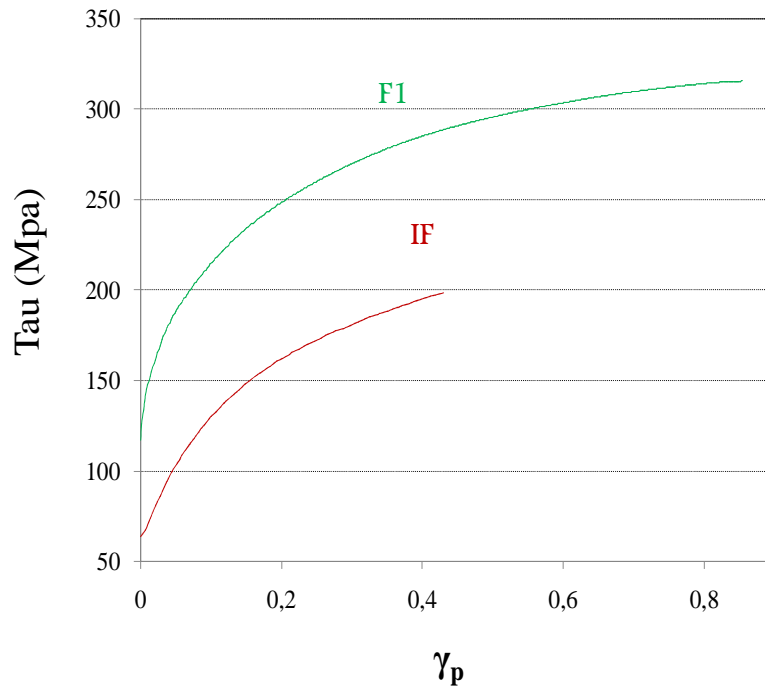


Figure 81 : Comparaison des courbes d'écrouissage en cisaillement simple de l'acier F1 de l'étude et d'un acier IF (source ArcelorMittal)

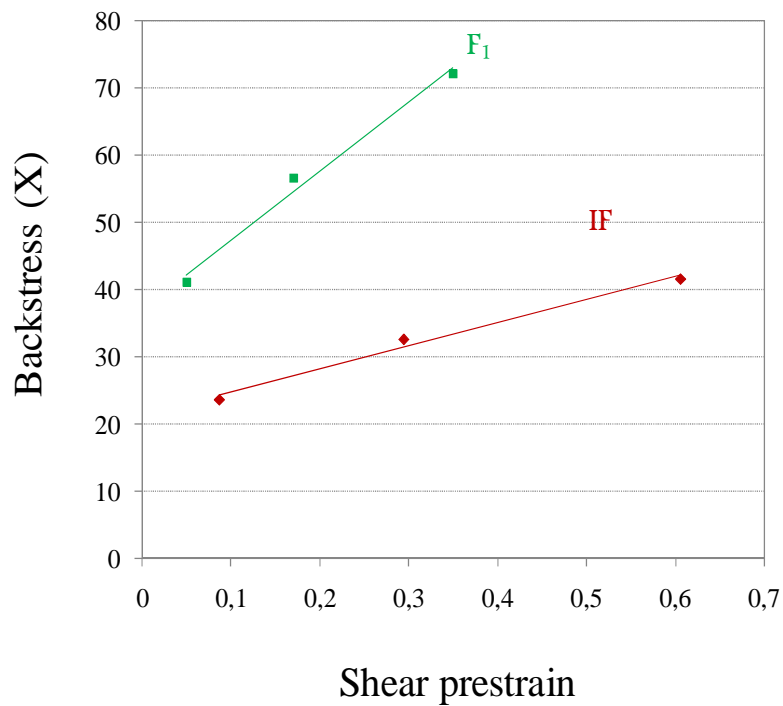


Figure 82 : Comparaison de l'évolution du backstress avec la prédéformation pour l'acier F1 de l'étude et un acier IF de référence (source : ArcelorMittal)

IV.3. Conclusion

L'étude du comportement en cisaillement selon DT des composites Fe-TiB₂ permet de dégager un certain nombre de points concernant essentiellement l'effet de taille de grain de la matrice (comparaison composite A et B) et l'effet composite (comparaison B et acier F1) sur l'écroutissage de ces matériaux en chargement monotone et inversé

✖ L'écroutissage initial des composites augmente avec l'ajout des renforts et la réduction de taille de grain. Néanmoins pour des amplitudes de déformation importantes (typiquement de l'ordre de $\gamma=10\%$), une diminution de l'écroutissage est notable dans le cas du composite à petits grains de ferrite avec un comportement et un taux d'écroutissage qui devient inférieur de celui à gros grains de ferrite.

✖ En chargement inversé, un effet Bauschinger important et une stagnation temporaire de l'écroutissage se manifestent pour les différents composites après inversion du sens de chargement. Ces effets ne sont pas liés uniquement à la présence des renforts étant donné qu'ils se manifestent aussi pour l'acier non renforcé.

✖ L'effet Bauschinger, induisant une part cinématique de l'écroutissage est, pour toutes les prédéformations considérées, plus élevé pour les composites que pour l'acier non renforcé, et augmente à prédéformation donnée avec la réduction de la taille de grain de la matrice. La matrice présente un durcissement non négligeable attribuable à l'effet de solution solide du titane, qui dès lors serait à prendre en compte dans la modélisation du comportement de la matrice des composites Fe-TiB₂.

La comparaison entre le cisaillement des composites selon DL et DT montre une faible anisotropie en contraintes malgré la forte texture morphologique et cristallographiques des particules. Toutefois, une légère diminution de la déformation à rupture lors du cisaillement DT est repérable et pourrait être corrélée à un endommagement plus important dans cette direction.

IV.4. Modélisation phénoménologique de l'écrouissage

Dans le cadre d'une collaboration entre partenaires de l'ANR ADRERA, l'application d'un modèle phénoménologique du comportement macroscopique a été effectuée avec David Barbier (ArcelorMittal) afin de tenter de reproduire la courbe d'écrouissage du composite et l'évolution de son backstress à partir du comportement de l'acier non renforcé assimilé à la matrice, en utilisant un nombre limité de paramètres, avec une approche de type KME (Kocks–Mecking–Estrin) (Mecking and Kocks 1981) (Kocks and Mecking 2003).

Au vu des résultats expérimentaux présentés et synthétisés ci-dessus, plusieurs effets seraient à prendre en compte explicitement dans cette modélisation : l'effet des renforts et l'effet de la matrice (effet de taille grain et effet de solution solide). Comme on dispose uniquement d'une ferrite à gros grain (F1), on se limite ici au cas du composite à gros grains (B), en se focalisant sur l'effet des renforts et sur l'effet de solution solide de la matrice sur l'écrouissage (Figure 72 et Figure 81 : et sur le backstress (Figure 79 et Figure 82).

La description de l'effet composite s'appuie sur le modèle de (Allain and Bouaziz 2008) utilisé pour des aciers ferrito-perlitique et permettant de décrire correctement l'évolution du backstress.

Pour décrire l'effet de solution solide, un modèle scalaire d'écrouissage de type KME étendu à la prise en compte de l'effet de solution solide sur l'écrouissage cinématique de la ferrite a été adopté ici. Cette approche a été développée lors des travaux de (Bouaziz, Barbier et al. 2013) et appliquée par ces mêmes auteurs, sur un alliage Fe-8%Al.

IV.4.1. Présentation du modèle

La contrainte d'écoulement du composite σ^t s'écrit comme la contribution de la contrainte dans la matrice ferritique σ^α et dans les particules σ^{TiB_2} pondérée par la fraction volumique des particules f^{TiB_2} .

$$\sigma_t = \left(1 - f^{TiB_2}\right) \sigma^\alpha + f^{TiB_2} \sigma^{TiB_2} \quad (4)$$

IV.4.1.1. Contrainte d'écoulement dans la matrice : Prise en compte de l'effet de solution solide

L'effet d'ajout d'éléments interstitiel ou substitutionnel en solution solide sur le changement de propriétés mécaniques des matériaux ferritiques est connu depuis longtemps (Gladman, Mcivor et 1972) (Leslie, 1972) (Gupta et Garofalo 1963). Cependant leurs effets sur les parts relatives d'écrouissage isotrope ou cinématique est moins bien connu. (Bouaziz, Barbier et al. 2013) ont observé une augmentation de la part cinématique de l'écrouissage du fer avec l'ajout de 8% de Al, qu'ils attribuent, grâce aux observations MET, à un mode de glissement plan favorisé par la présence de solutés (qui rend plus difficile le processus de glissement dévié), source de back stress.

Ainsi, en considérant que la probabilité de l'occurrence du processus de glissement dévié est le facteur clé dans la prédiction des parts relatives de l'écrouissage cinématique et isotrope (« le glissement dévié est le mécanisme principal de relaxation de back stress »), les auteurs ont réussi à décrire l'effet de solution solide sur la nature et l'évolution de l'écrouissage des aciers ferritiques. Leur approche consiste à une extension au modèle de Kocks Mecking Estrin (KME) avec l'introduction d'un seul paramètre « physique » qui représente la contrainte critique de glissement dévié σ_c (cf. ci-après).

Selon cette approche, la contrainte d'écoulement en chargement monotone dans la matrice ferritique σ^α donnée par :

$$\sigma^\alpha = \sigma_0^\alpha + \sigma_b^\alpha + \sigma_f^\alpha \quad (5)$$

où σ_0 est la contrainte de friction du réseau, σ_b^α la contrainte interne qui induit de l'écrouissage cinématique et associée aux mécanismes de durcissement par solution solide et σ_f^α la composante isotrope de l'écrouissage par les dislocations de la forêt.

L'évolution avec la déformation plastique des parts isotrope et cinématique de l'écrouissage est exprimée par :

$$\frac{d\sigma_f^\alpha}{d\varepsilon} = \frac{M\alpha\mu bP}{2\sqrt{\rho}} \frac{d\rho}{d\varepsilon} \quad (6)$$

$$\frac{d\sigma_b^\alpha}{d\varepsilon} = \frac{M\alpha\mu b(1-P)}{2\sqrt{\rho}} \frac{d\rho}{d\varepsilon} \quad (7)$$

où ρ est la densité de dislocations, M le facteur de Taylor moyen du polycristal, μ le module de cisaillement, b le vecteur de Burgers, α un paramètre qui décrit l'interaction entre les dislocations de la forêt et P la probabilité de glissement dévié.

L'évolution avec la déformation de la probabilité de glissement dévié est postulée sous la forme :

$$\frac{dP}{1-P} = \frac{\sigma}{\sigma_c} d\varepsilon \quad (8)$$

où σ est la contrainte d'écoulement et σ_c la contrainte critique pour le glissement dévié.

Par ailleurs, l'évolution de la densité de dislocations est donnée par (Bouaziz 2012) :

$$\frac{d\rho}{d\varepsilon} = M \left(\frac{k}{b} \sqrt{\rho} \cdot \exp(-\xi \cdot \sqrt{\rho}) \right) \quad (9)$$

Où k est une constante qui décrit l'accumulation de dislocations suite aux interactions avec les dislocations de la forêt qui jouent le rôle d'obstacles et ξ est une longueur d'échelle caractéristique.

IV.4.1.2. Contrainte d'écoulement dans les particules et backstress

Le backstress total du composite σ_b^{tot} est défini comme la somme des backstress induit par la ferrite à travers le Ti en solution solide (σ_b^α) et par les particules ($\sigma_b^{TiB_2}$):

$$\sigma_b^{tot} = \sigma_b^\alpha + \sigma_b^{TiB_2} \quad (10)$$

Comme décrit dans (Allain and Bouaziz 2008), le backstress induit par les particules TiB_2 est supposé varier comme l'écart de contrainte entre matrice et renfort et s'écrit comme:

$$\sigma_b^{TiB_2} = f^{TiB_2} (1 - f^{TiB_2}) (\sigma^{TiB_2} - \sigma^\alpha) \quad (11)$$

L'évolution de la contrainte dans les particules est postulée par une simple loi empirique:

$$\sigma_b^{TiB_2} = \sigma_{sat} (1 - e^{(-q\varepsilon)}) \quad (12)$$

Où σ_{sat} est une contrainte de saturation dans les particules et q un paramètre d'ajustement caractérisant la vitesse de saturation de la contrainte.

IV.4.2. Application du modèle aux résultats expérimentaux

IV.4.2.1. Démarche et identification des paramètres

Les valeurs des constantes à base « physique » b , μ , M , et α sont issues de travaux antérieurs (Bouaziz, Barbier et al. 2013). Les paramètres k et ξ ont été identifiés à l'aide de la courbe de traction de l'acier IF (sans renfort et à faible teneur en solutés) dont la valeur de σ_c (IF) a été ajustée au mieux pour décrire l'évolution avec la déformation du backstress de l'IF, ce qui a permis de valider l'approche de (Bouaziz, Barbier et al. 2013). Ces valeurs ont permis de décrire parfaitement la courbe de traction de l'IF (cf. Figure 83) et de reproduire de manière satisfaisante l'évolution du backstress de l'IF avec la prédéformation (cf. Figure 84 et (Bouaziz, Barbier et al. 2013))

A partir des courbes expérimentales de cisaillement de l'acier F1 et du composite B, transformées en courbes contrainte équivalente-déformation équivalente de Von Mises (cf. §II2211) les paramètres supplémentaires introduits dans le modèle décrit ci-dessus ont pu être identifiés :

- la valeur σ_c (F1) de σ_c a été identifiée à l'aide de la courbe d'évolution du backstress de F1 avec la prédéformation. Ce paramètre additionnel permet de reproduire correctement la courbe contrainte-déformation et l'évolution du backstress de cet acier

- les paramètres σ_{sat} et q sont identifiés sur la courbe contrainte équivalente-déformation équivalente du composite B, en utilisant l'équation (1) avec $f_{\text{TiB}_2}=11\%$ (cf. §III.1.1.2) et en considérant σ^α comme la contrainte d'écoulement de l'acier F1.

Les valeurs des constantes issues des travaux antérieurs et communes aux différents matériaux sont récapitulées dans le Tableau 15. Les valeurs des constantes identifiées grâce aux courbes de la présente étude sont données dans le Tableau 16.

Tableau 15 : constantes utilisés dans le modèle (d'après (Bouaziz, Barbier et al. 2013))

Paramètre	Valeur
Module de cisaillement μ	80GPa
Vecteur de burgers b	$2.5 \cdot 10^{-10}$ m
Facteur de Taylor M	2.7
Accumulation de dislocations k	0.04
ξ	$2.3 \cdot 10^{-7}$ m
α	0.38
$\sigma_c(\text{IF})$	75

Tableau 16 : constantes identifiées sur les courbes de l'acier F1 et du composite B

Paramètre	Valeur
$\sigma_c(\text{F1})$	350MPa
$\sigma_c(\text{Fe-TiB}_2)$	350 MPa
σ_{sat}	1200MPa
q	70

IV.4.2.2. Résultats et discussion

Les courbes de la Figure 83 et Figure 84 montrent la comparaison modèle-expérience pour les courbes contrainte-déformation (Figure 83) et pour l'évolution du backstress avec la prédéformation (Figure 84). La courbe contrainte-déformation de l'IF est parfaitement décrite car elle a été utilisée pour l'identification des paramètres k et ξ . Un bon accord modèle-expérience est obtenu sur les courbes contrainte-déformation et les courbes d'évolution du backstress de l'acier F1 et du composite B, en utilisant uniquement les paramètres supplémentaires q et σ_{sat} et en utilisant la même valeur de σ_c pour l'acier F1 et le composite B. Ainsi, à partir d'un jeu de paramètres fixé pour la ferrite et un nombre réduit de paramètres supplémentaires, le modèle réussit à reproduire, l'augmentation du backstress avec l'introduction de solutés (Ti) d'une part, et des particules de renforts, d'autre part.

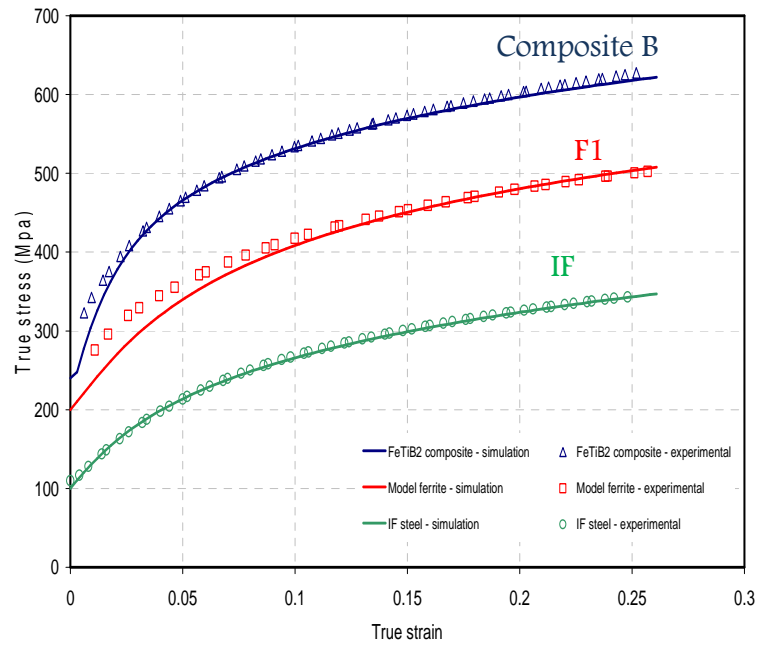


Figure 83 : Comparaison des courbes contraintes-déformation expérimentaux et identifiées pour l'acier IF, le Fe-0,7% Ti et le composite Fe-TiB₂

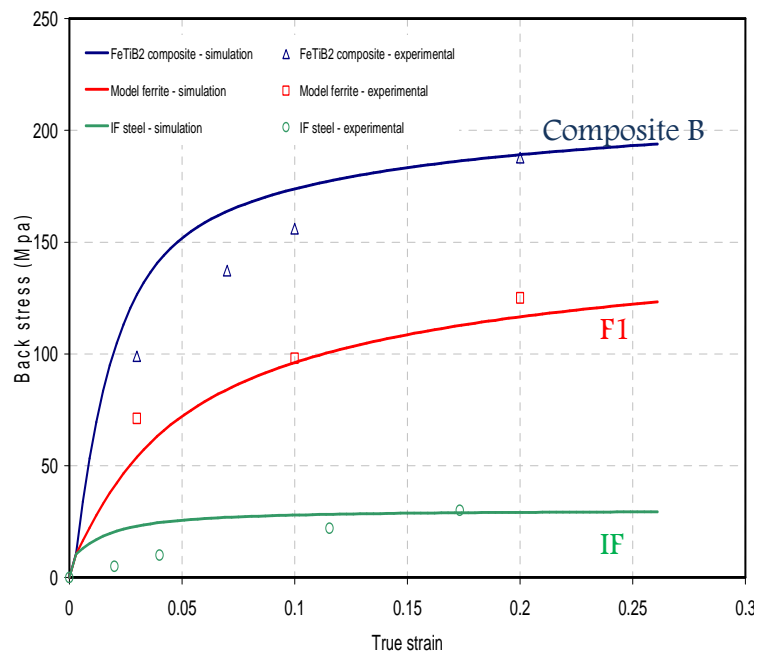


Figure 84 : Comparaison du back stress expérimental et simulé pour l'acier IF, F1 (Fe-0,7% Ti) et le composite Fe-TiB₂

Par ailleurs, la contrainte de saturation dans les particules (égale à 1200 MPa, cf figure 84) pourrait s'interpréter comme une estimation de la contrainte de rupture des particules.

Selon la figure 84, cette contrainte est atteinte après une déformation équivalente globale de 8%. Cette valeur théorique se rapproche de la valeur de déformation expérimentale correspondante à l'apparition de l'endommagement significatif ($\epsilon_{\text{éq}}=10\%$, cf. § V.1.3.1.1). D'autre part, les observations expérimentales à l'échelle de l'EBSD n'ont pas permis de

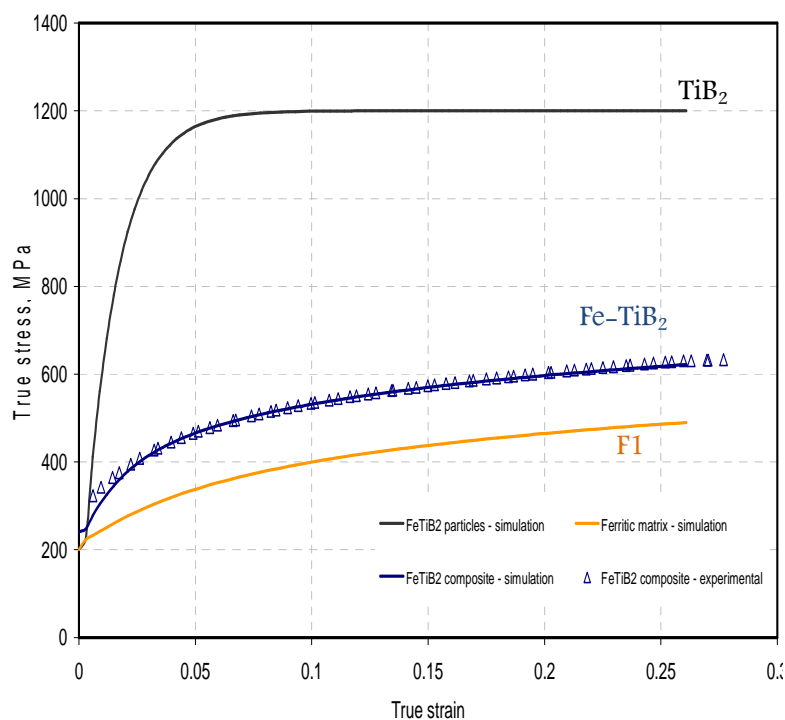


Figure 85 : Evolution des contraintes dans le composite et ses constituants en fonction de la déformation macroscopique du composite. La courbe simulée est en bon accord avec la courbe expérimentale.

déceler des marques évidentes de plasticité dans les particules, bien que la présence de dislocations dans les particules ait été observée à l'échelle du MET dans ce type de composite (Cha, Lartigue-Korinek et al. 2012).

La modélisation à base physique de l'écroutissage des composites nécessiterait donc des approfondissements qui sortent du cadre de ce travail



Chapitre V.

Evolution microstructurale et endommagement des composites Fe-TiB₂

Introduction

L'analyse des mécanismes de plasticité et d'endommagement des composites de l'étude lors de séquences de chargement induisant de relativement grandes amplitudes de déformations (jusqu'à plusieurs dizaines de pourcents de déformation équivalente) est importante pour comprendre leur comportement et apprécier leur capacité de mise en forme à froid.

Deux approches complémentaires ont été considérées : Une approche « **statistiquement représentative** » présentée en première partie de ce chapitre a permis de décrire et d'analyser les mécanismes de déformation plastique et de l'endommagement en cisaillement simple, à partir de l'observation « ex situ » de différents états déformés jusqu'à de grandes amplitudes. Dans cette partie, une attention particulière est accordée à l'effet de taille de grain de la matrice (en comparant les composites A et C respectivement à petits et gros grains de ferrite), de l'inversion du sens de sollicitation (en considérant le cas de chargement monotone et inversé) et de l'anisotropie de l'endommagement (dans le cas du composite B à gros grains) sur l'évolution qualitative et quantitative de l'endommagement, mesurée en tomographie X et par analyses d'images MEB. Les résultats quantitatifs obtenus sont ensuite confrontés et discutés.

- Une approche plus « **locale** », développée lors d'essais in situ de flexion 4 points, a permis de suivre et d'analyser la phase de l'initiation de l'endommagement dans le cas du composite B à gros grains de ferrite, pour deux cas de sollicitations, correspondant respectivement à un moment de flexion parallèle ou perpendiculaire à l'orientation préférentielle de l'axe c des particules de TiB₂.

L'ensemble de ces observations fournit notamment des éléments quantitatifs importants pour la modélisation du comportement des composites Fe-TiB₂.

V.1. Analyses microstructurales après cisaillement simple

V.1.1. Stratégie et choix des états déformés

Des éprouvettes déformées en cisaillement monotone et inversé ont été sélectionnées pour l'analyse des microstructures des composites à l'échelle mésoscopique. L'ensemble des investigations effectuées par MEB, EBSD et par tomographie X sur les nuances à petits grains (composite A) et à gros grains (composites B ou C) est récapitulé sur le Tableau 17. Elles visent à caractériser et à comparer selon la taille de grains de la matrice l'évolution de la matrice et de l'endommagement des particules au cours du cisaillement simple jusqu'à de « grandes » - proches de la rupture macroscopique en cisaillement monotone - déformations plastiques monotones ou cumulées. De plus, pour une même déformation cumulée ($\gamma_{cum}=50\%$), la comparaison d'états déformés en cisaillement simple ou inversé permet d'analyser l'effet de l'inversion du sens de sollicitation sur l'endommagement (matériaux A et C), et la comparaison du cisaillement simple monotone selon DL ou DT (matériau B) permet d'apprécier les effets d'anisotropie.

Tableau 17: états déformés investigués (indiqués en grisés) après cisaillement simple

		Cisaillement DT				Cisaillement DL	
		CM5%	CM17%	CM50%	CI $\gamma_{cum}=50\%$ ($\gamma^+=\gamma^-$)	CM50%	CI $\gamma_{cum}=50\%$
MEB	A						
	B						
	C						
EBSD	A						
	B						
	C						
Tomo	A						
	B						
	C						

On définit un repère lié au cisaillement (DC, NC, DN) donné par la Figure 86. Les échantillons ayant servi aux investigations MEB/ EBSD (Figure 86.a) ont été prélevés au centre de la zone utile de chacune des éprouvettes déformées en cisaillement simple pour des raisons d'homogénéité de la déformation à l'échelle macroscopique, avec la précaution d'éviter les bords libres de l'éprouvette (cf. II.2.2.1). Pour chacune des éprouvettes déformées, deux échantillons distincts ont été prélevés (Figure 86.a) de sorte à examiner deux sections perpendiculaires des éprouvettes déformées (DC,NC) et (DC, DN), sur lesquelles l'aspect morphologique des particules est très différent.

Les éprouvettes ayant servi aux mesures par tomographie X sont en forme d'allumettes parallélépipédiques (Figure 86.b) de section 0,7*0,7 mm² et de hauteur 3mm (qui correspond à

l'épaisseur de la tôle), prélevées au centre de la zone utile de l'éprouvette de cisaillement, perpendiculairement au plan de l'éprouvette (DC, NC).

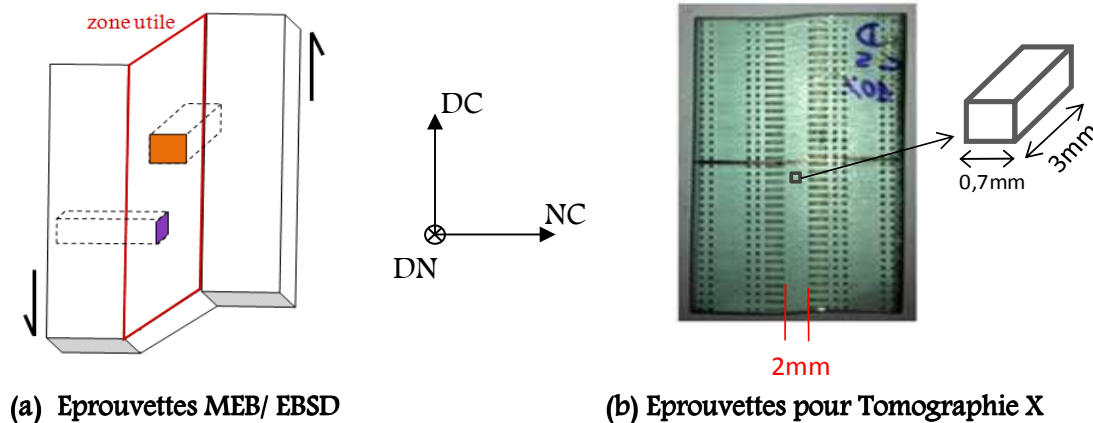


Figure 86. Schéma de prélèvement des échantillons dans les éprouvettes déformées en cisaillement simple pour les investigations (a) en MEB/ EBSD et (b) en tomographie X. Les flèches indiquent le sens de cisaillement.

V.1.2. Evolution de microstructures et de textures

Des analyses EBSD ont été réalisées sur le plan de cisaillement et sur le plan de l'éprouvette après différentes déformations, pour les nuances de composite A et C. On cherche, à partir de ces examens à cerner les principales caractéristiques de la déformation plastique de la matrice ferritique en présence de particules de renforcement TiB₂.

V.1.2.1. Evolution de microstructures

V.1.2.1.1. Matrice à gros grains

Les cartographies d'orientations EBSD selon la direction de cisaillement NC du composite C sont présentées sur la Figure 87 pour $\gamma=5\%$, $\gamma=17\%$ et $\gamma=50\%$. On remarque l'apparition de désorientations dans les grains dès $\gamma=5\%$ qui se manifestent sur les cartographies EBSD par des gradients de couleur qui ne concernent, à ce stade de déformation, que quelques grains de la matrice (Figure 87.a). Avec la déformation plastique, cet aspect devient plus prononcé après $\gamma=17\%$ de déformation Figure 87.b) et s'accroît après $\gamma=50\%$, en se manifestant sur l'ensemble des grains de la matrice (Figure 87.c).

La superposition de la cartographie de l'indice de qualité sur la FPI de la ferrite montre que cette désorientation est accompagnée par une structuration importante de la matrice après $\gamma=50\%$, avec l'apparition de bandes perpendiculaires ou parallèles à la direction de cisaillement (Figure 87.d). Le mode de déformation du composite à gros grains à grandes déformations plastiques est également illustré par l'analyse EBSD du composite B (Figure 89.a et b).

La structuration de la matrice ferritique au cours de la déformation, est également perceptible à partir des cartographies de désorientations présentées par la Figure 88. Dès 5% de déformation, des parois de faibles désorientations (représentées en vert, pour un angle de désorientation $\theta < 5^\circ$) sont

visibles dans certains grains de ferrite. Avec l'augmentation de la déformation, la quantité de parois tend à augmenter, jusqu'à former une sous-structuration presque complète à forte déformation. La microstructure reste cependant relativement hétérogène et, bien que ces parois soient souvent visibles au voisinage des particules, elles se manifestent également dans des régions localement pauvres en TiB₂ à cette échelle, comme le confirme également la cartographie des angles de désorientations du composite B après $\gamma=50\%$ de déformation monotone (Figure 89.c) .

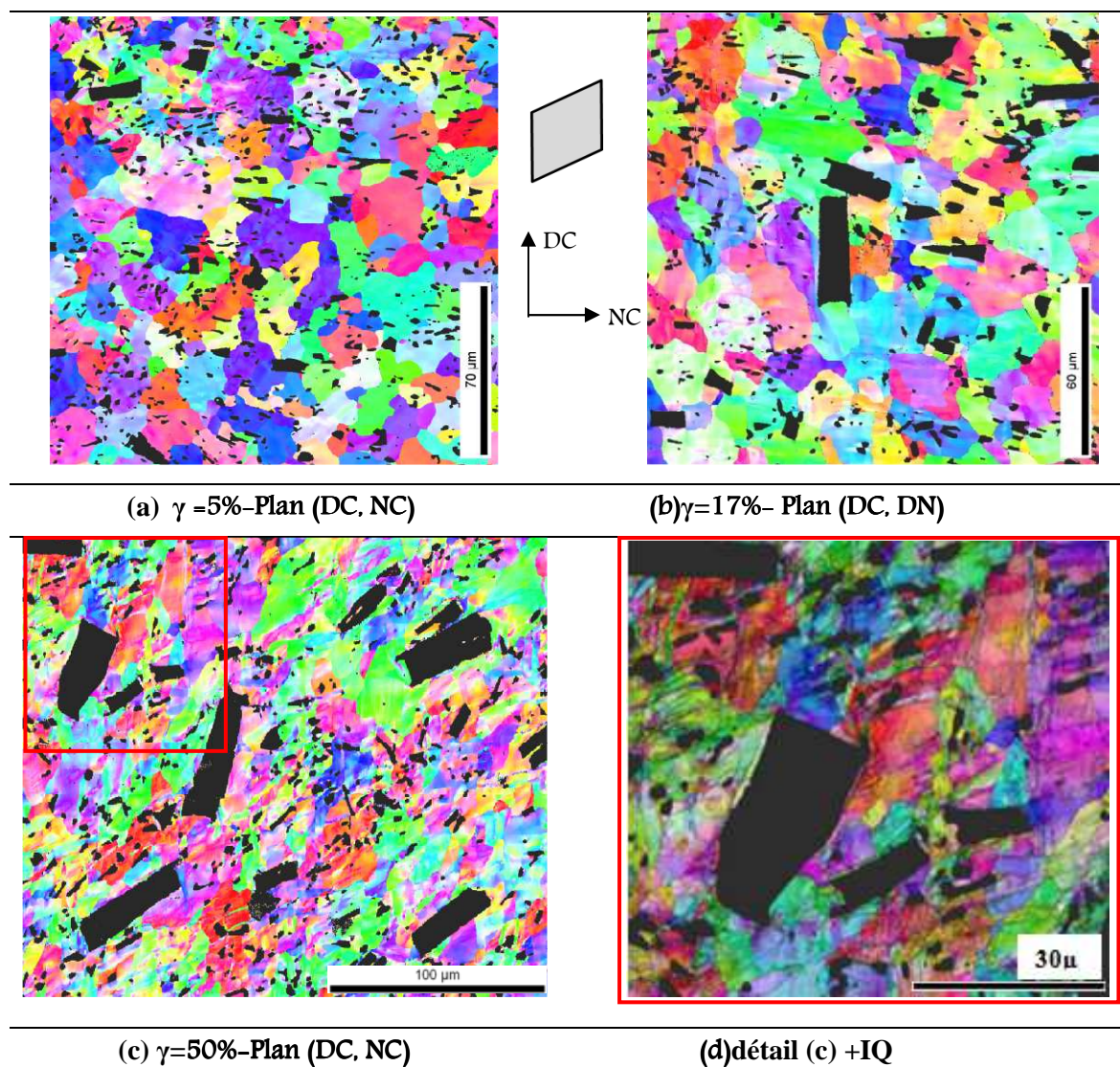


Figure 87 : Cartographies de figure de pôles inverse de la direction DC pour la matrice des échantillons déformés en cisaillement simple monotone du composite C.

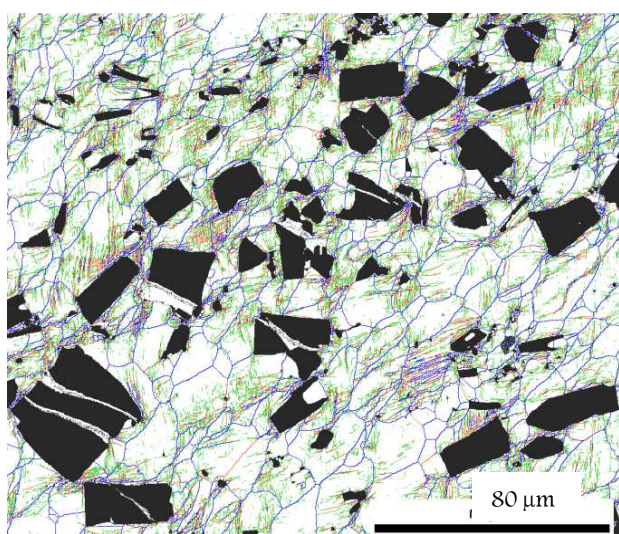
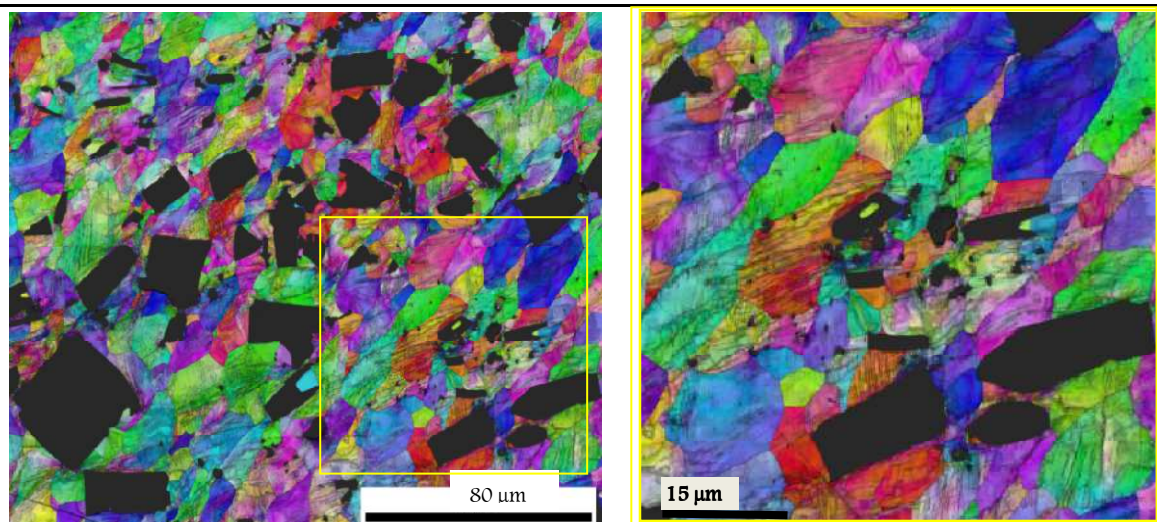
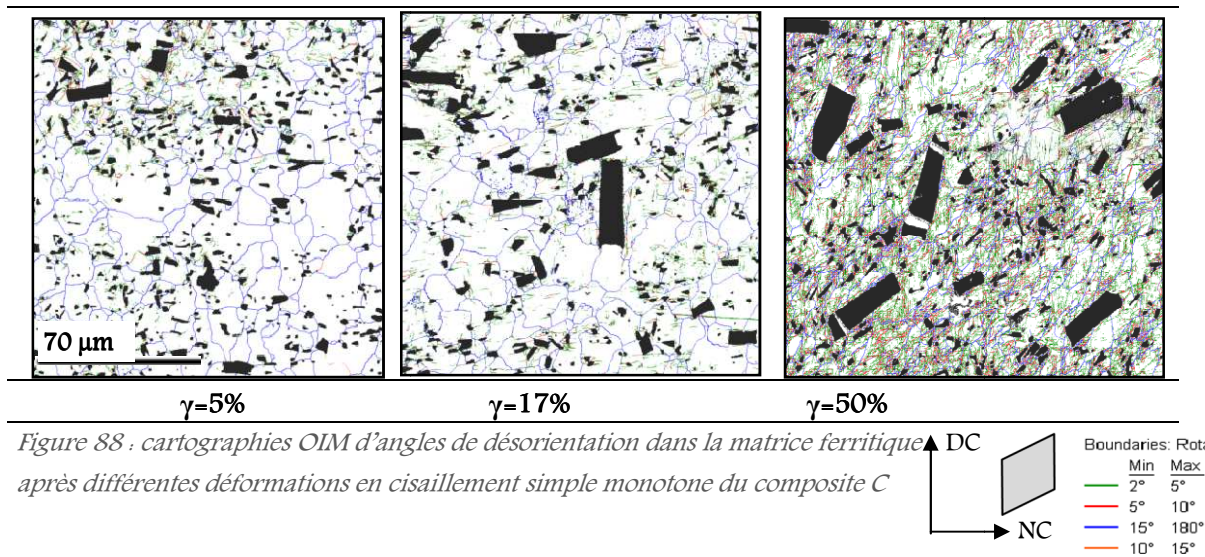


Figure 89 : (a) et (b) Cartographies de figures de pôle inverse de la direction DN et (c) d'angles de désorientations pour la matrice de l'éprouvette déformée de $\gamma=50\%$ en cisaillement monotone du composite B.

V.1.2.1.2. Matrice à petits grains

Les caractéristiques de la déformation et de sous structures susceptibles de se développer au cours du cisaillement de la matrice du composite à petits grains (A) sont plus délicates à mettre en œuvre à cette échelle, compte-tenu de la taille de grain et de la présence préalable (dès l'état initial, cf figure 57) de sous structures induites par l'élaboration (cf. § III.1.2.2). La microstructure du composite A après $\gamma=5\%$ et $\gamma=17\%$ (Figure 90a et b) semble ainsi peu différente de celle à l'état initial. Par contre, après de fortes déformations ($\gamma=50\%$) (Figure 90c), la structuration de la microstructure est plus marquée, avec l'apparition des parois intragranulaires, principalement au sein de grains relativement « gros », parallèles et perpendiculaires à la direction de cisaillement

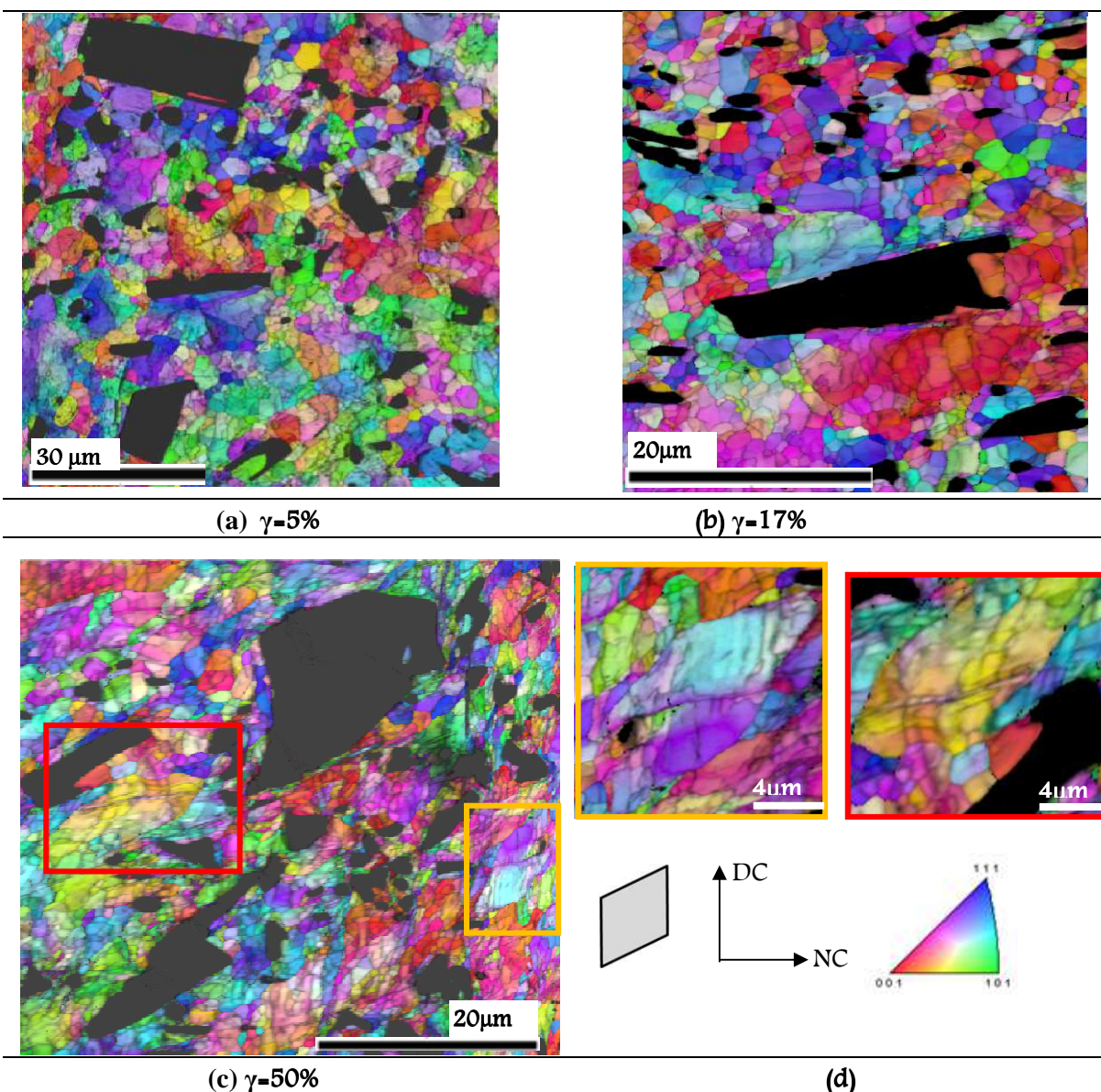
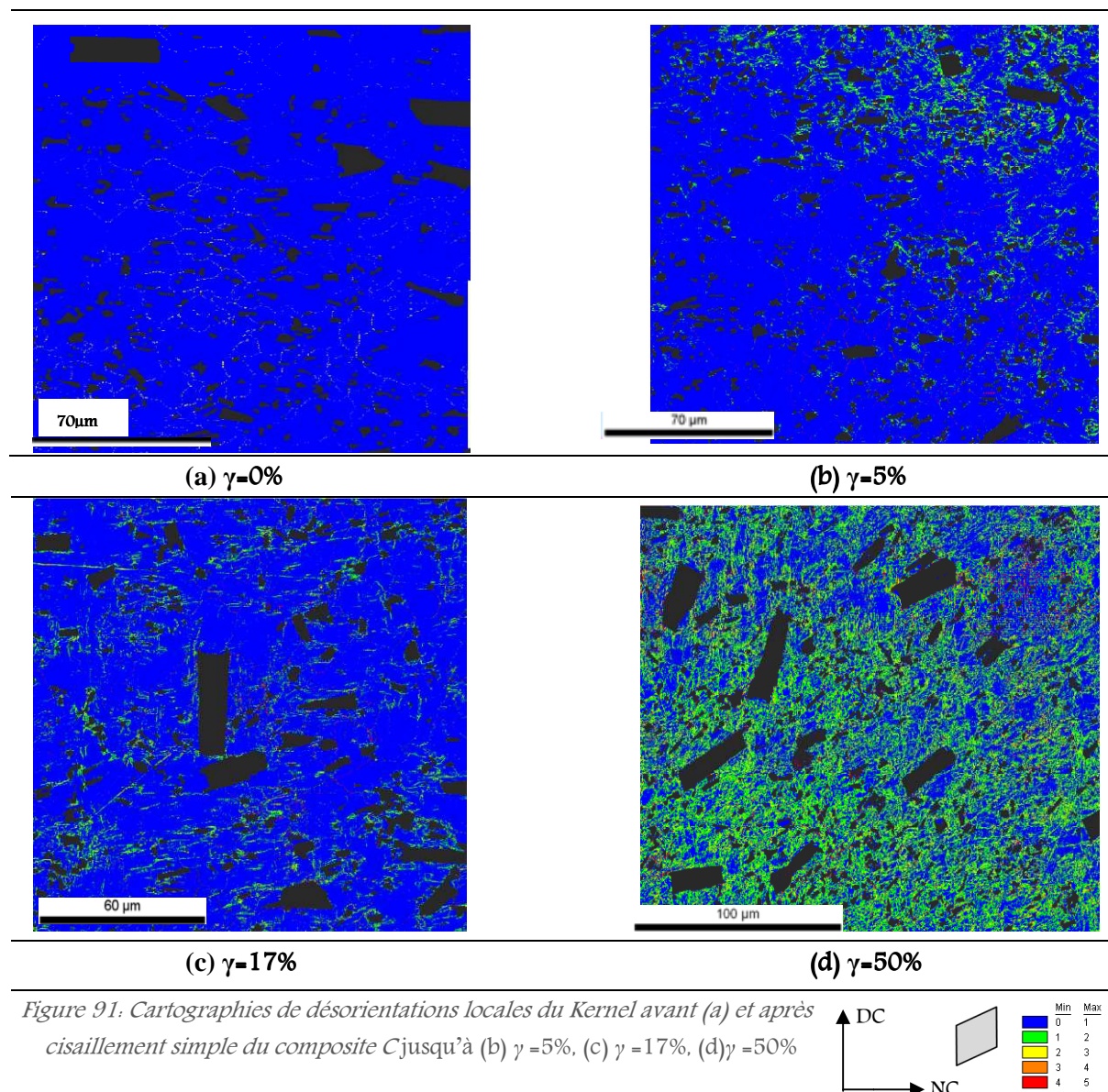
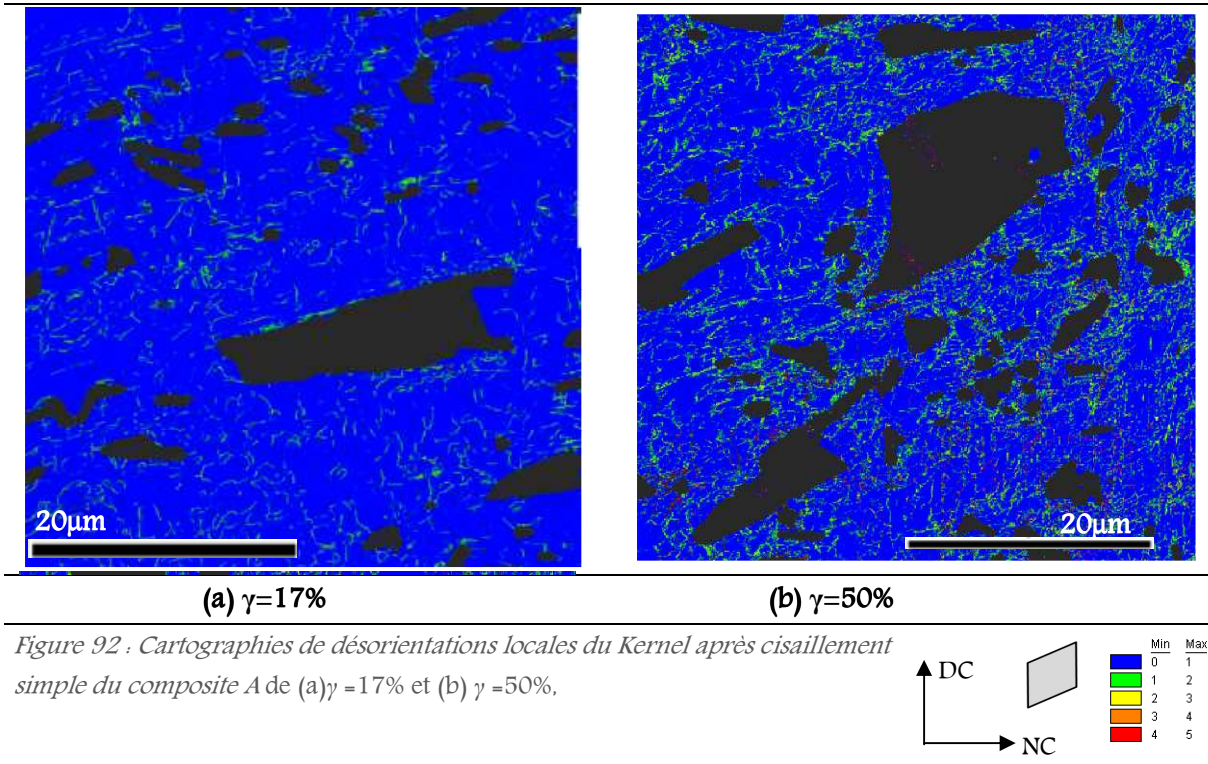


Figure 90 : Cartographies de figures de pôle inverse de la direction DC, avec l'indice de qualité superposé pour les échantillons déformés en cisaillement simple monotone du composite A

La Figure 91 et la Figure 92 présentent les cartographies de désorientation locale calculée avec la méthode de la désorientation moyenne du Kernel, définie au §II.2.1.2.2, correspondant aux cartographies EBSD de la Figure 87 et la Figure 90 pour les composites C et A respectivement. Seules les désorientations entre deux pixels voisins inférieures à 5° sont prises en considération dans le calcul. On peut remarquer dans le composite C que les fortes désorientations locales sont souvent situées autour des particules, ou dans des zones à forte concentration de particules (notamment Figure 91.c). Pour autant, la présence des particules seules ne crée pas de désorientations (cf. Figure 91.a), qui semble résulter des hétérogénéités de déformation, éventuellement exacerbées par les particules, et qui ont tendance à s'étendre progressivement dans l'échantillon avec l'augmentation de la déformation. L'évolution des cartographies avec la déformation (Figure 92) est moins nette dans le cas du composite A, pour lequel les désorientations à l'état initial semble d'avantage liées la structure granulaire (déjà évoqué cf. §III.1.2.2). Dans ce cas ce n'est qu'après de fortes déformations plastiques (Figure 92.d) que les désorientations sont plus marquées.





Les profils de désorientation locale de Kernel dans la matrice des nuances de composite à petits grains (A) et gros grains (C) pour l'ensemble des zones analysées sont synthétisés sur la Figure 93.

Il est à noter que la hauteur du pic de désorientation pour l'état non déformé est plus importante dans le cas du composite A, ce qui est cohérent avec une fraction de LABD's plus importante (cf. §III.1.2.2).

En deçà de 50% de déformation de cisaillement, la distribution de la désorientation locale évolue peu par rapport à l'état initial. La position du pic de désorientation correspondant à la fréquence maximale de désorientation locale est décalée vers les désorientations élevées lorsque la déformation augmente. Ce décalage est beaucoup plus net dans le cas du composite C, suggérant l'augmentation progressive du nombre de parois de dislocations ou de sous-grains présents dans la structure déformée, tandis que pour le matériau A, une structuration significative ne se produit que pour une déformation γ supérieure à 17%.

La différence d'allure globale des profils de KAM entre les composites A et C est qualitativement similaire aux observations de Calcagnotto et al (Calcagnotto, Adachi et al. 2011) sur des aciers dual phase. Dans ces travaux, l'augmentation graduelle de désorientations locales, plus prononcée dans le cas du matériau à gros grains de ferrite, est corrélée à un mode de glissement par « wavy slip » alors que le glissement dans le matériau à petits grains est plus planaire. Les petits grains étant davantage contraints, la formation de sous-structures impliquant de fortes rotations de réseaux est plus difficile.

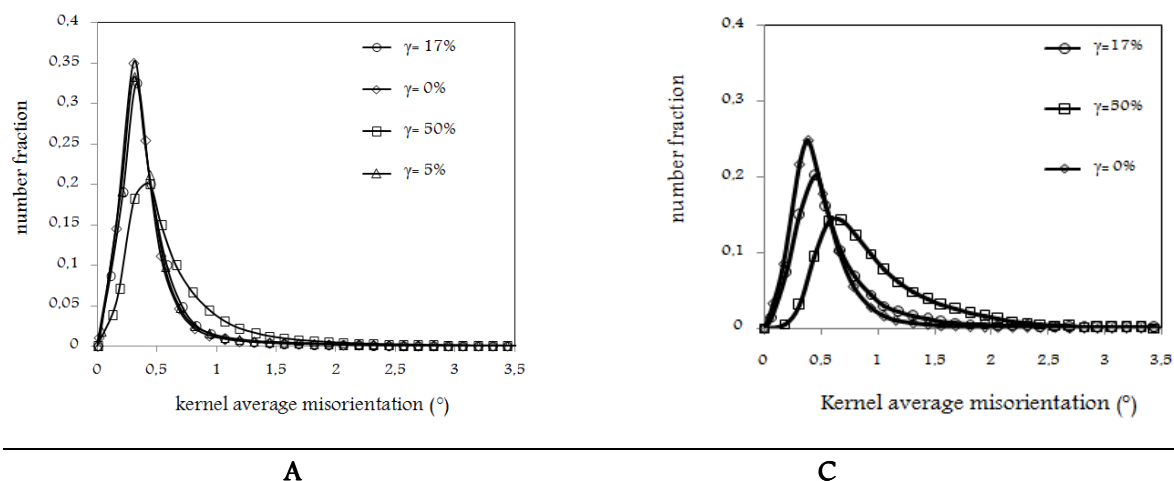


Figure 93. Evolution avec la déformation de la distribution de la désorientation moyenne du kernel calculée à partir des analyses EBSD pour les composites A et C

V.1.2.2. Evolution des textures cristallographiques

La Figure 94 compare l'évolution des textures cristallographiques des particules TiB₂ en cisaillement monotone et inversé pour une même déformation de cisaillement cumulé $\gamma=50\%$.

Après $\gamma=50\%$ de cisaillement monotone l'axe c des particules TiB₂, initialement préférentiellement perpendiculaire à DC (Figure 94.a), a tourné d'un angle voisin de 30° vers DC (Figure 94.c). Cet angle est proche de $\tan^{-1}(0,5)=26,5^\circ$ qui correspond à la variation d'inclinaison d'un segment matériel initialement perpendiculaire à DC, au cours d'un cisaillement simple d'amplitude $\gamma=0,5$.

A l'issue du chargement inversé, la rotation des particules est quasiment nulle (Figure 94.c), à cause de la rotation en sens inverse de celle produite au cours de la prédéformation.

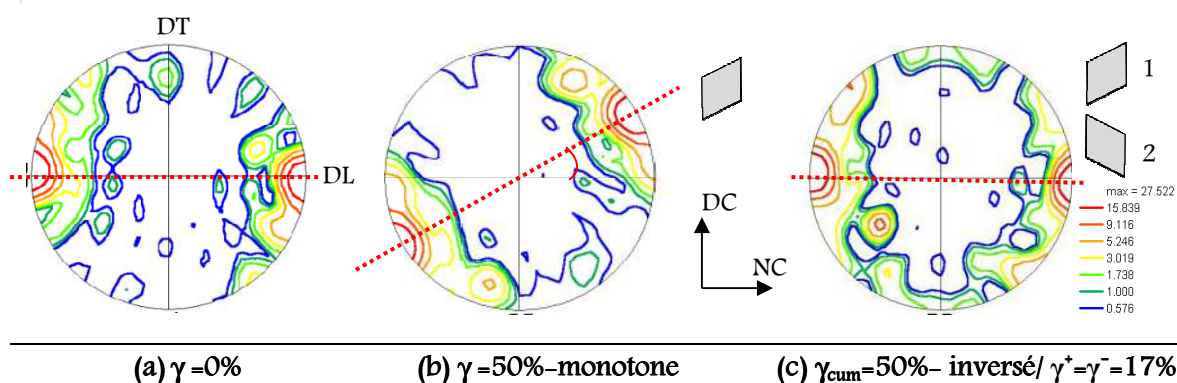


Figure 94 : Figures de pôles de l'axe c [0001] des particules TiB₂ avant et après 50% de déformation de cisaillement en chargement monotone et inversé

Concernant la matrice ferritique, la Figure 95 montre qu'au cours du cisaillement monotone la texture cristallographique de la matrice change, bien que les intensités restent faibles (max (A)= 2,8 après $\gamma=50\%$, cf. Figure 95.b). La comparaison entre la figure de pôle {110} mesurée par DRX (Figure 96.a) et calculée par EBSD (Figure 96.b) après $\gamma=50\%$ de cisaillement monotone du

composite C, montre que ces deux figures sont qualitativement proches, malgré un écart entre les deux intensités de pôles ($\max_{(DRX)} = 1,44$, $\max_{(EBSD)} = 2,1$) probablement lié à la variation du volume examiné entre MEB et DRX. Globalement une bonne cohérence entre la texture locale et globale est observée.

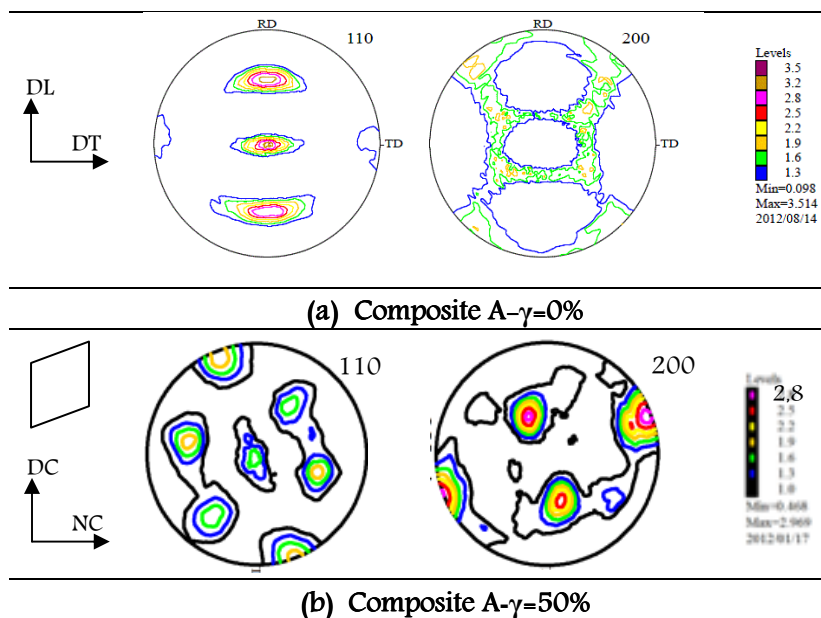


Figure 95 : Figures de pôles $\{110\}$ et $\{200\}$ de la matrice du composite A, mesurées par DRX (a) avant et (b) après $\gamma=50\%$ de cisaillement

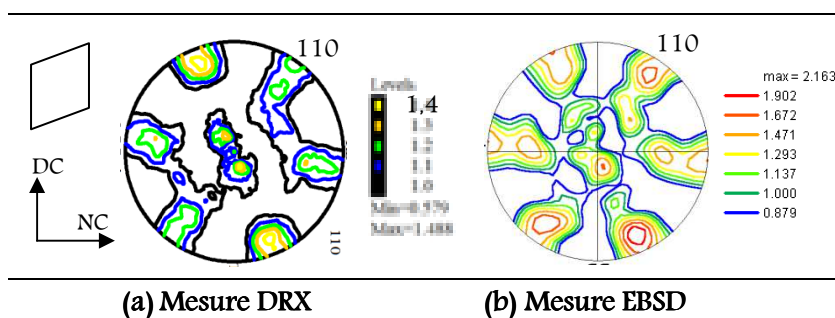


Figure 96 : Figure de pôle $\{110\}$ de la matrice du composite C après $\gamma=50\%$, (a) mesurée par DRX et (b) calculée par OIM à partir de mesures EBSD

V.1.3. Endommagement des composites en cisaillement simple

L'observation de l'endommagement des composites de l'étude a été effectuée à partir de traitement d'images **MEB** (analyse 2D), et en **tomographie X** (analyse 3D). Pour chacune des deux techniques utilisées, l'analyse a porté sur deux principaux aspects:

- La description qualitative et quantitative de l'évolution de l'endommagement avec la déformation γ lors du cisaillement selon DT, dans le cas des composites A et C.
- La comparaison des mécanismes d'endommagement à grande amplitude de déformation plastique ($\gamma=50\%$) entre le cisaillement selon DL et DT dans le cas du composite B, afin de statuer sur l'anisotropie de l'endommagement.

V.1.3.1. Investigations MEB-EBSD

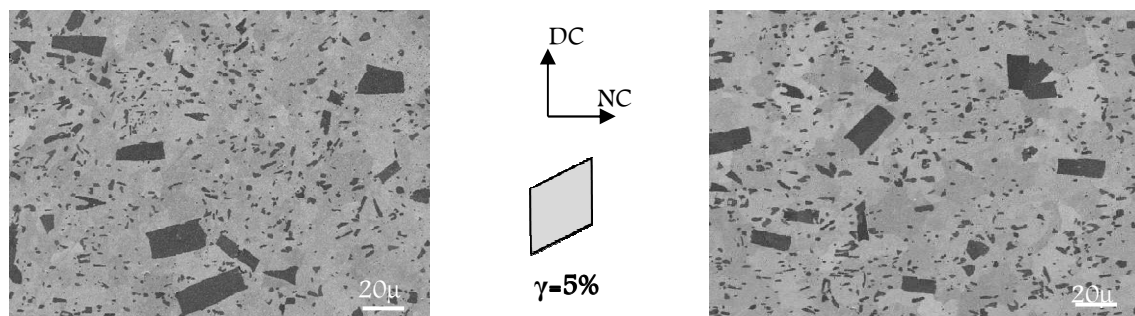
V.1.3.1.1. Analyse qualitative

Cisaillement monotone

L'examen de microstructures des composites Fe-TiB₂ après différentes déformations de cisaillement simple monotone, effectué par MEB/EBSD, montre qu'après $\gamma=5\%$ de déformation de cisaillement (Figure 97), la microstructure des composites diffère globalement peu de l'état initial. En effet, à cette échelle, aucune marque d'endommagement significative, autre que celles déjà présentes dans le matériau à l'état de réception (cf. III.1) n'a été décelée. Les micrographies MEB présentées sur la Figure 98, montrent que l'endommagement se manifeste de façon significative pour $\gamma=17\%$, et se produit principalement sous forme de rupture de particules. Ce mécanisme concerne les deux familles de particules TiB₂ i.e. PP (Figure 98.c) et GP (Figure 98.a et b). La Figure 99 et la Figure 100 montrent l'aspect de l'endommagement des composites A et C après $\gamma=50\%$ selon la direction transverse sur les plans de l'éprouvette et le plan de cisaillement respectivement. On note qu'après de fortes déformations, les mécanismes d'endommagement sont globalement inchangés, i.e. rupture de particules avec des fissures plus ouvertes. Il est à noter qu'une particule cassée peut présenter plus qu'une seule fissure.

Quelques marques non représentatives de décohésions de l'interface matrice/particules ont été décelées très localement à fortes déformations et concernent principalement les TiB₂ PP du composite à petits grains ferritique A (Figure 99.b). Ainsi, l'interface particule/matrice apparaît très résistante même après de fortes déformations plastiques de la matrice.

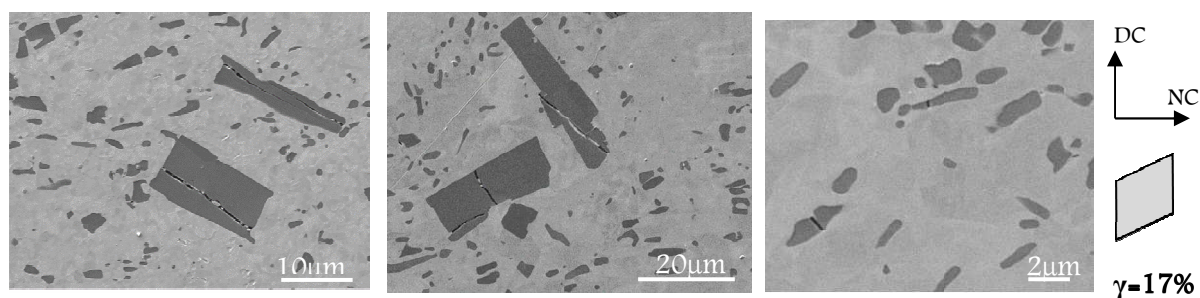
Les observations MEB (fig. 97-99) montrent également que l'aspect des fissures (ouverture, orientation) évoque davantage une rupture de particules plutôt en mode d'ouverture (« mode I ») qu'en mode de cisaillement (« mode II »), l'orientation moyenne des fissures dans le plan (DC,NC) étant très différente de la direction de cisaillement.



(a)

(b)

Figure 97. Aspect de la microstructure des composite (a) A et (b) C vues sur le plan (DC, NC) après $\gamma=5\%$ (cisaillement simple monotone selon DT).

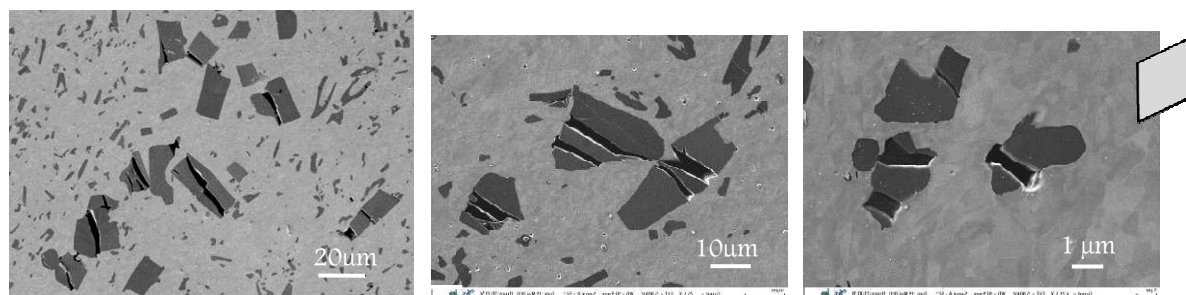


(a)

(b)

(c)

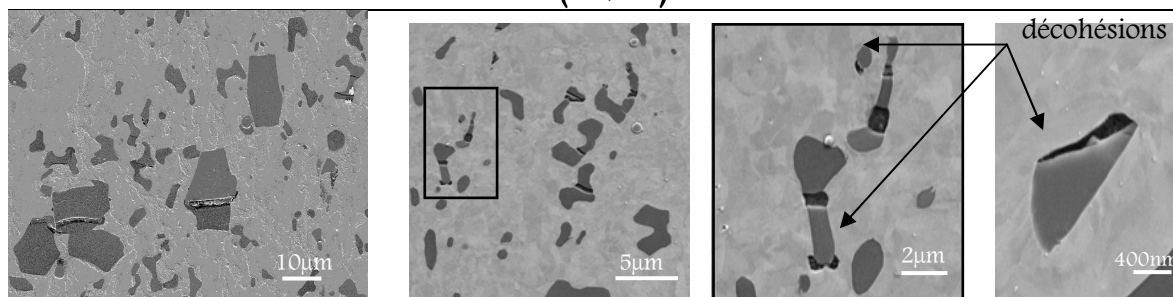
Figure 98. Ruptures de grosses particules (GP) dans le composite (a) A et (b-c) C après $\gamma=17\%$ (cisaillement simple monotone selon DT), vues sur le plan (DC, NC)



(a) Ruptures GP

(b) Multifissuration
Plan (DC, NC)

(c) Ruptures PP



(d) Ruptures GP

(e) Ruptures PP

(f) détail de (e)

(g) décohésions

Plan (DC, DN)

Figure 99. Observations de l'endommagement du composite A après $\gamma=50\%$ (cisaillement monotone selon DT), sur les plan (a-c) (DC,NC) et (d-g) (DC,DN)

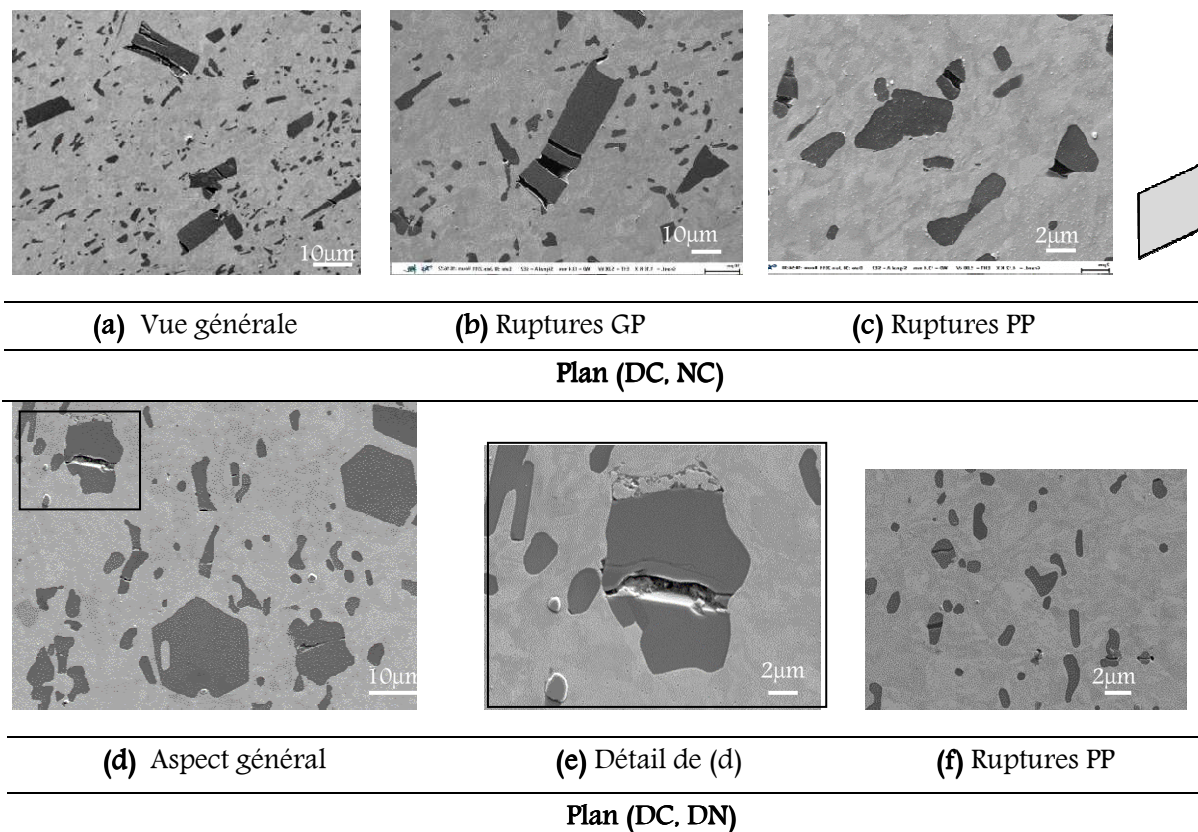


Figure 100. Observations sur les plans (a-c) (DC, NC) et (d-f) (DC, DN) de l'endommagement du composite C après $\gamma=50\%$ (cisaillement monotone selon DT).

Cisaillement inversé

La Figure 101 montre l'aspect de particules rompues après une déformation cumulée $\gamma_{cum}=50\%$ en chargement inversé. Tout comme le cas du chargement monotone, l'endommagement se manifeste essentiellement par des ruptures de particules. Toutefois on remarque des fissures moins ouvertes (Figure 101.a) et plus morcelées (Figure 101.b et c) en chargement inversé. Les interfaces particule/matrice demeurent également résistantes après l'inversion du sens de sollicitation.

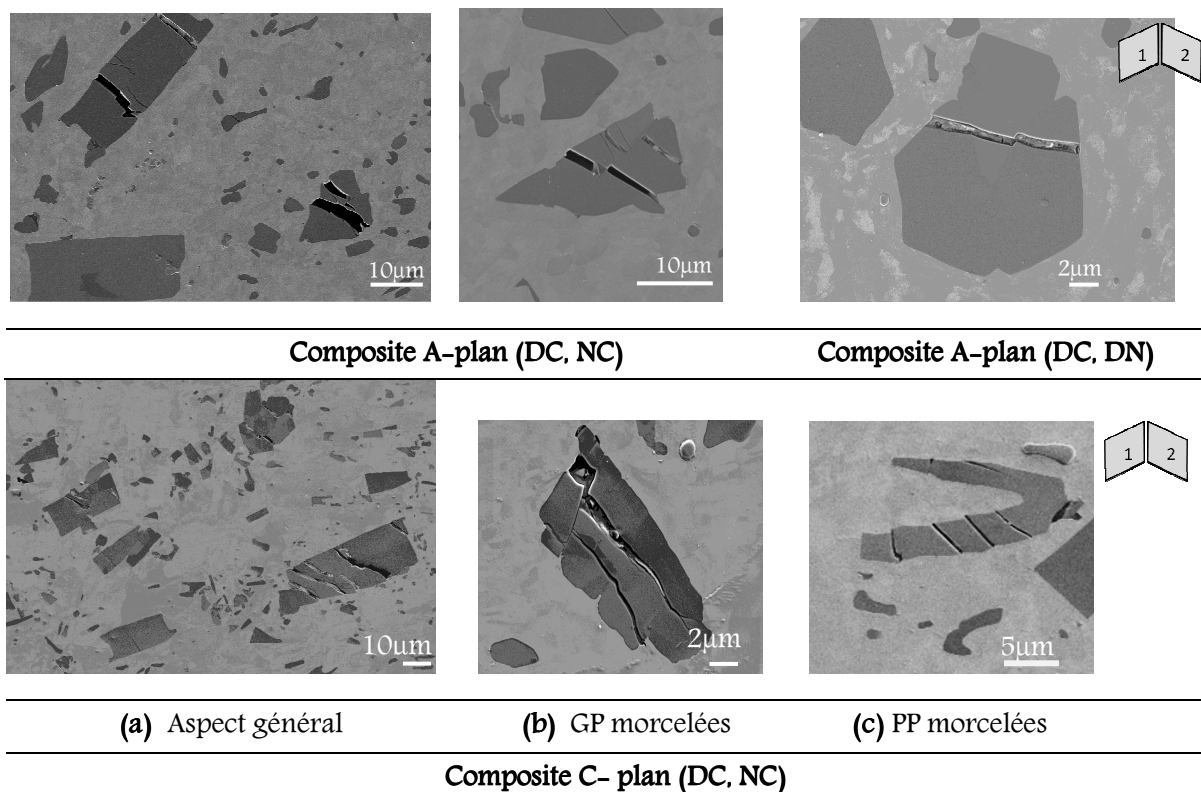


Figure 101 : Observation de l'endommagement du composite A et C après $c_{um}=50\%$ de déformation cumulée en chargement inversé selon DT. La direction de cisaillement est verticale. Les parallélogrammes notés 1 et 2 indiquent le sens du premier et deuxième chargement respectivement.

V.1.3.1.2. Analyse quantitative des images MEB

Cette analyse est effectuée à partir des micrographies MEB sur larges zones (de l'ordre du mm²) en procédant par traitement et analyse d'images selon la procédure décrite dans chapitre II. Bien que les zones analysées pour chaque déformation soient différentes, ces différentes analyses sont considérées statistiquement représentatives vu que le nombre total de particules N comptabilisé est important ($4000 < N < 8000$).

Evolution de la fraction de particules endommagées avec la déformation de cisaillement

L'évolution de la densité numérique de particules cassées est représentée en fonction de la déformation macroscopique de cisaillement en chargement monotone (CM) et inversé (CI) dans le cas des deux nuances de composites à petits grains (A) et à gros grains de ferrite (C) et récapitulées sur un même graphe (Figure 102). Cette figure montre globalement que pour les deux composites, l'endommagement augmente avec la déformation macroscopique de cisaillement.

En chargement monotone (CM) et jusqu'à $\gamma=17\%$ les proportions de particules cassées sont très voisines et évoluent de manière similaire pour les deux composites A et C. Cependant, pour des valeurs de déformations plus importantes, la fraction de particules cassée croît plus rapidement pour le matériau à plus petite taille de grains.

La comparaison des mesures d'endommagement pour ces deux mêmes composites en cisaillement inversé (CI) avec une prédéformation $\gamma^+=17\%$ et une déformation cumulée de 50% montre que la

proportion de particules cassées est similaire dans les deux cas. Ainsi après une déformation cumulée $\gamma_{cum}=50\%$ l'effet de taille de grain de la matrice, important en chargement monotone, semble être moindre, lors de l'inversion du sens de sollicitation. Par ailleurs, l'endommagement global après $\gamma_{cum}=50\%$ de déformation cumulée en cisaillement est plus faible en chargement inversé qu'en monotone pour les deux composites.

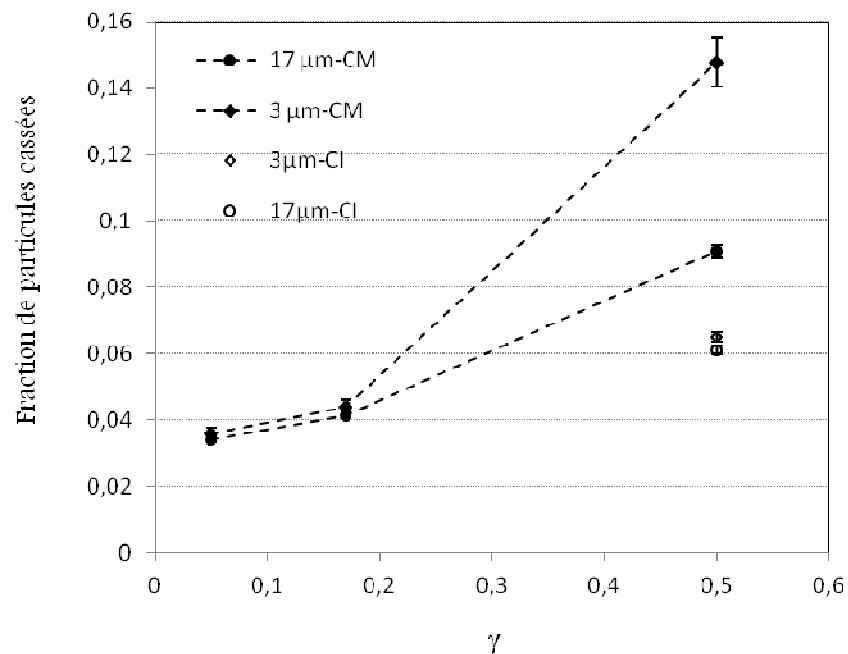


Figure 102 : Effet de taille de grain de la matrice et du changement de sens de sollicitation sur la fraction numérique de particules cassées en cisaillement simple selon DT monotone (symboles pleins) et inversé (symboles vides) avec une prédéformation $\gamma_{+/-} = 17\%$, mesuré en 2D pour les composites A et C

La Figure 103 récapitule, pour différents états de déformation monotone, la fraction numérique des petites particules (PP) et grosses particules (GP) cassées dans le cas des composites A et C.

Au cours de la déformation plastique et quelle que soit la taille de grains de la matrice, l'endommagement des grosses particules est plus important que celui des petites. A titre d'exemple, après $\gamma=50\%$, 48% de l'ensemble des grosses particules sont cassées, contre uniquement 11% pour les petites dans le cas du composite A. Pour les deux composites, la fraction numérique de petites particules cassées augmente néanmoins légèrement avec la déformation. De plus, pour chaque famille de particules, l'endommagement est plus important pour le composite A.

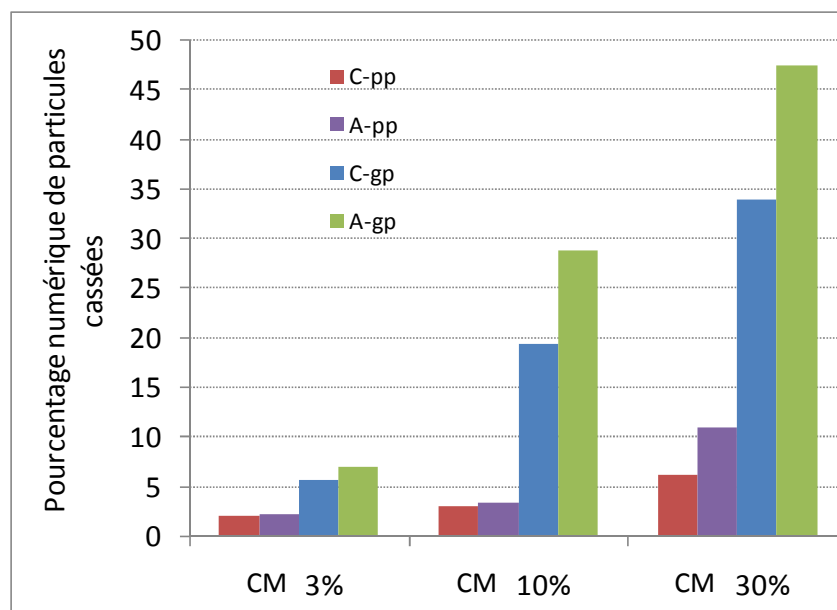


Figure 103 : Evolution de l'endommagement des petites (PP) et grosses (GP) particules avec la déformation de cisaillement monotone dans le cas du composite A et C.

Orientations des fissures

Les distributions d'angle d'orientation de fissures par rapport à la direction de cisaillement sur le plan de l'éprouvette (DC, NC) et le plan de cisaillement (DC, DN) après cisaillement monotone pour $\gamma=50\%$ sont présentées Figure 104 et Figure 105 respectivement. Les valeurs d'angle d'orientation de la fissure sont extraites grâce au logiciel de traitement d'images et suite aux étapes de binarisation des images MEB et de seuillage de fissures (telles que explicitées dans le § II.2.1.3.2)

La distribution d'angle de fissure par rapport à DC fait apparaître un pic important, centré sur la valeur d'angle de 90° sur le plan de cisaillement (Figure 105), et un angle essentiellement compris entre 40° et 70° sur le plan de l'éprouvette (Figure 104). Les fissures sont donc statistiquement orientées dans une direction de 40° à 70° par rapport à DC dans le plan de normale DN, et dans une direction perpendiculaire à DC dans le plan de normale NC.

Or, selon la cinématique du cisaillement simple, pour une amplitude de glissement γ , la normale à une fissure plane perpendiculaire à la direction d'extension maximale, correspondant a priori à un mode d'ouverture (mode I), ferait un angle $\phi = \pi/2 - \tan^{-1} \{ (1 + \gamma^2/2)^{1/2} - \gamma/2 \}$ par rapport à DC sur le plan de normale DN (cf. annexe 2.a), soit $\phi = 51$ degré pour $\gamma = 0,5$, alors qu'une fissure en mode de cisaillement plan (mode II) serait parallèle au plan (DC, DN). Les fissures observées après cisaillement simple correspondent donc plutôt à une fissuration en mode d'ouverture.

Par ailleurs, compte-tenu de l'orientation moyenne des particules TiB₂ après $\gamma=50\%$ déterminée à l'aide de l'EBSD (cf. Figure 94), les fissures ne sont majoritairement ni parallèles ni perpendiculaires à l'axe c de la particule, autrement dit le plan de fissure ne correspond pas statistiquement à un plan basal ou prismatique (cf. Figure 104 et Figure 105).

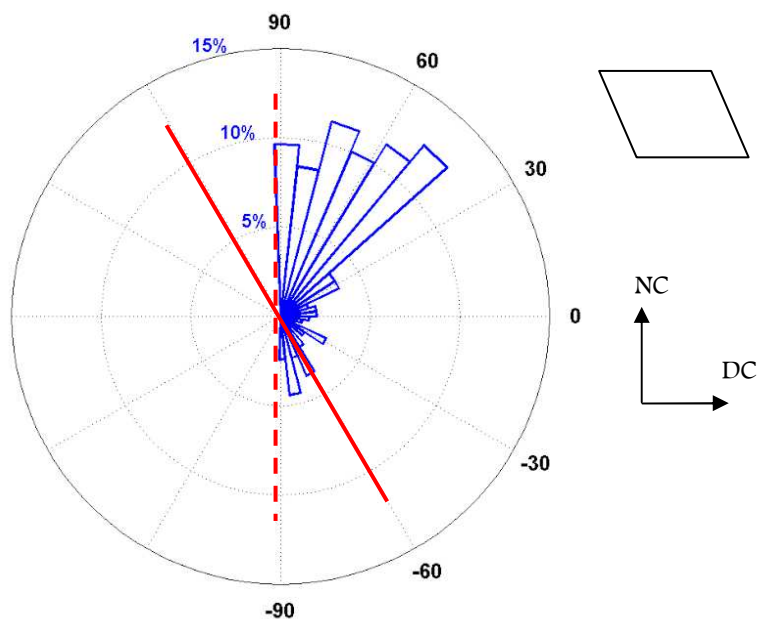


Figure 104 : Distribution de l'angle des fissures avec DC sur le plan (DC, NC) après cisaillement monotone $\gamma=50\%$ selon la direction. La hauteur des pics correspond au pourcentage numérique des angles mesurés. Le trait rouge en pointillé et le trait continu indiquent respectivement l'orientation moyenne avant et après cisaillement de l'axe *c* des particules TiB₂

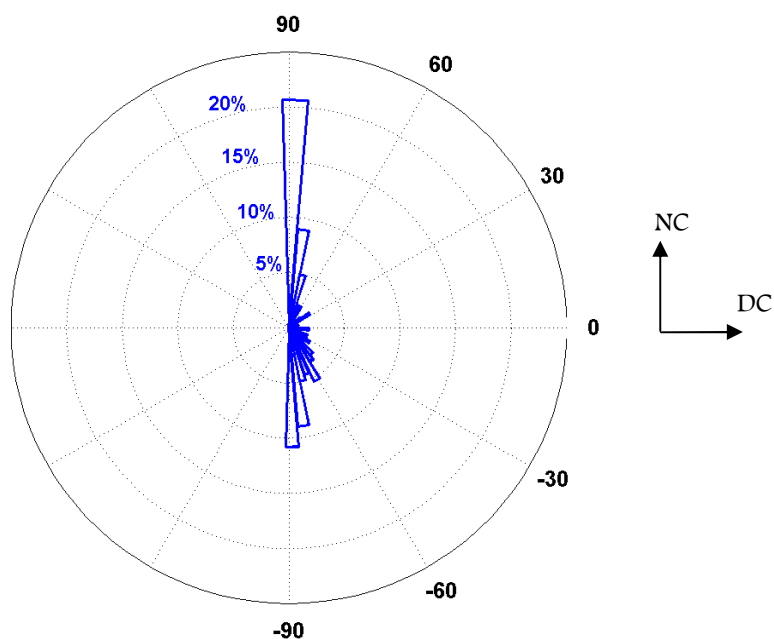


Figure 105 : Distribution de l'angle des fissures avec DC sur le plan (DC, DN) après cisaillement monotone $\gamma=50\%$ selon la direction. La hauteur des pics correspond au pourcentage numérique des angles mesurés.

V.1.3.1.3. Aspect cristallin de l'endommagement

La Figure 106 montre les cartographies d'orientations des particules TiB₂ issues des analyses EBSD effectuées sur deux différents plans (DN, NC) et (DC, DN) de la tôle déformée de $\gamma=50\%$ en chargement monotone pour les deux nuances de composites A et C. Ces investigations montrent que la rupture des particules concerne aussi bien des particules monocristallines que des particules

polycristallines. Dans le cas de ces dernières, la fissure ne suit pas systématiquement les joints de grains des particules TiB₂ (Figure 106.a, c et d). Ces constatations ont été également confirmées lors du chargement inversé, comme le montrent les cartographies d'orientations des particules TiB₂ après $\gamma_{cum}=50\%$ sur le plan (DC, NC) (Figure 107) ce qui a conduit à étudier le caractère inter ou transgranulaire de la rupture des particules à partir de l'examen de la désorientation $\Delta\omega$ de part et d'autre de la fissure dans la particule poly-cristalline cassée. Ainsi, la rupture est considérée transgranulaire quand $\Delta\omega < 15^\circ$ (en cohérence avec la valeur d'angle de désorientation d'un joint de grain, défini en EBSD (cf. §II 2122) et intergranulaire au-delà. La Figure 108 illustre le profil de désorientation typique d'une fissuration intergranulaire (profil 1) avec une désorientation $\Delta\omega(1) \approx 15^\circ$ et transgranulaire (profil 2) avec $\Delta\omega(2) \approx 4^\circ$. La position de ces profils est indiquée sur les cartes d'orientations de la Figure 106. Le résultat de l'analyse statistique réalisée manuellement sur une soixantaine de particules cassées, basée sur les valeurs de $\Delta\omega$ (Figure 109) montre que la rupture des particules est majoritairement transgranulaire (75%). Les joints de grains des particules poly-cristallines et/ou d'agrégats de particules ne semblent pas présenter de lien systématique avec l'endommagement des composites.

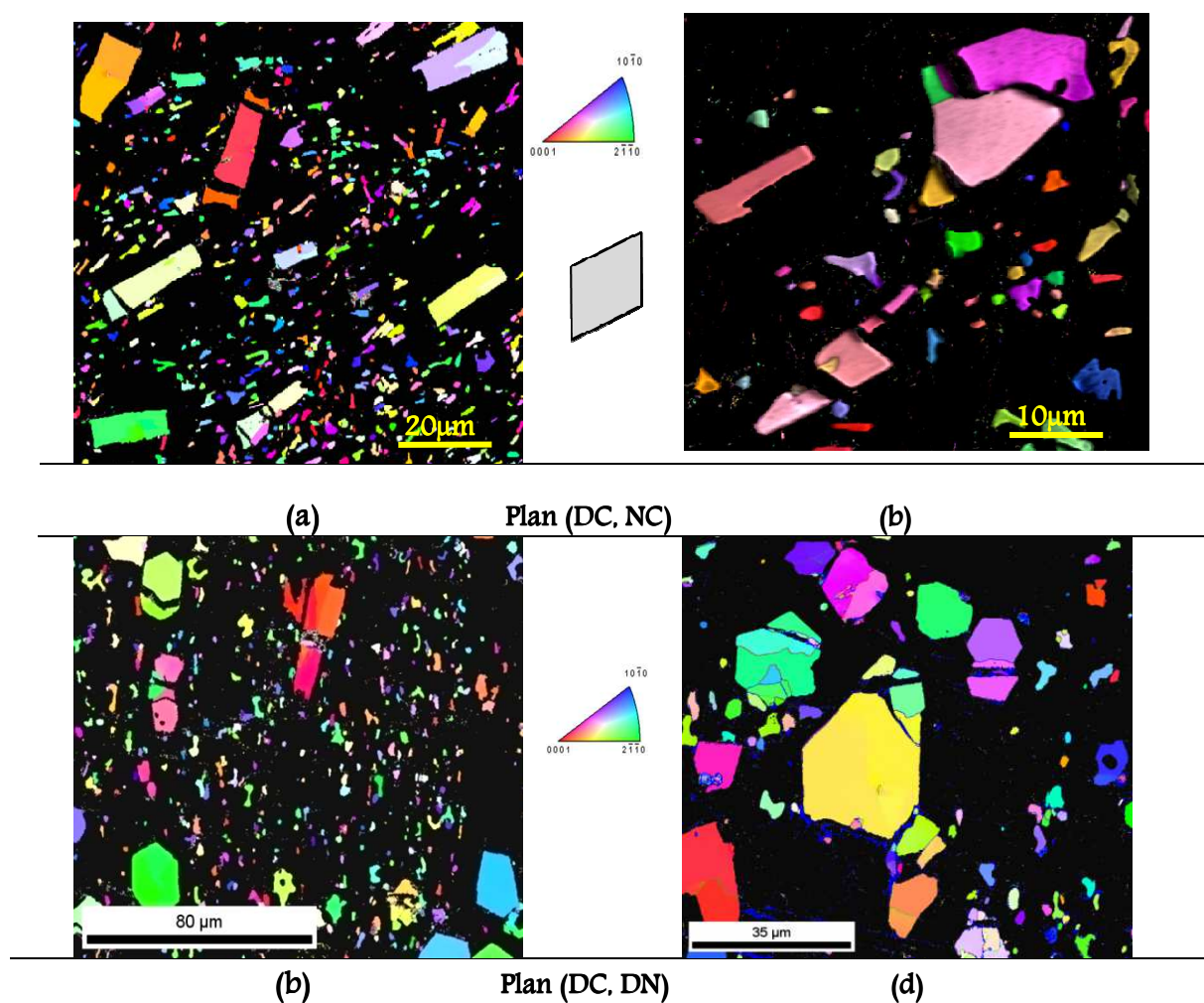


Figure 106 : Cartographies d'orientations des particules TiB₂ selon DC après $\gamma=50\%$ en chargement monotone : (a), (c) aspect général et (b), (d) vues détaillées

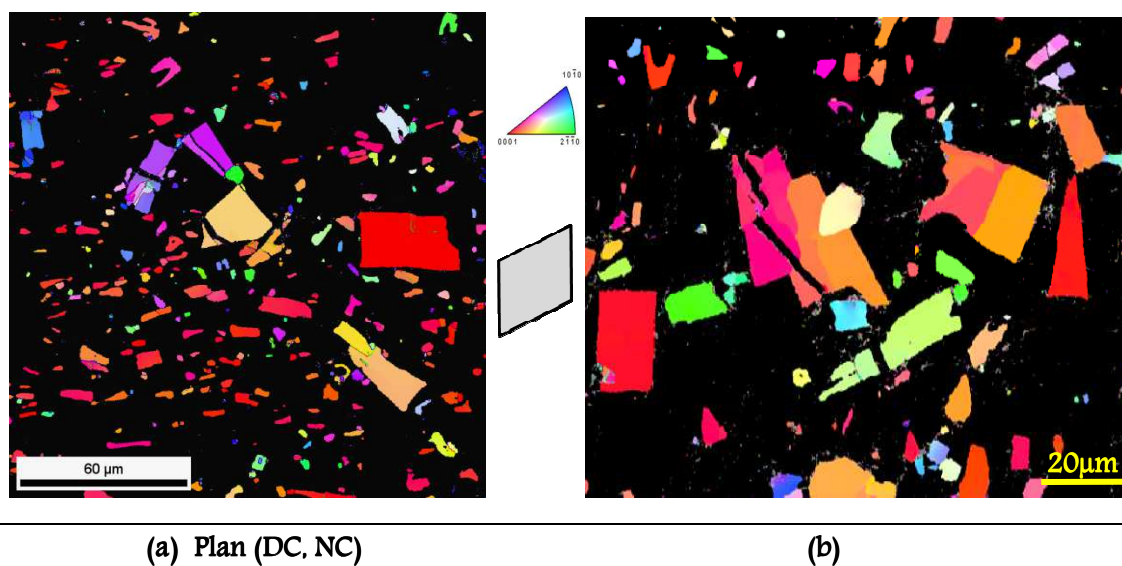


Figure 107 : Cartographies d'orientations des particules TiB₂ selon NC après $\gamma_{cum}=50\%$ en chargement inversé. (a) aspect général, (b) vue détaillée

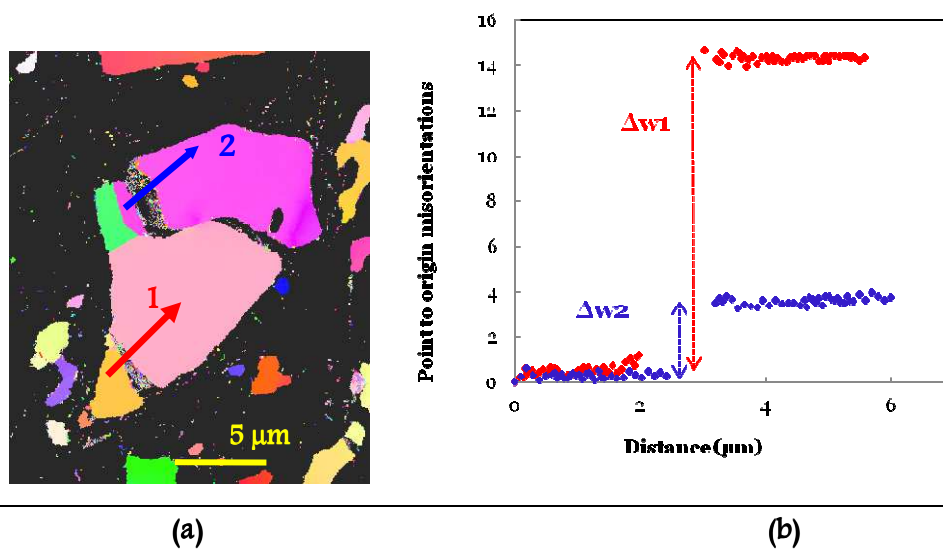


Figure 108 : (a) détail de la FPI de particules sur la Figure 107.b, (b) Profils de désorientation de part et d'autre de la fissure dans une particule TiB₂, de (1) illustrant le cas d'une rupture (1) transgranulaire et (2) intergranulaire. La discontinuité au niveau des profils correspond à la position de la fissure.

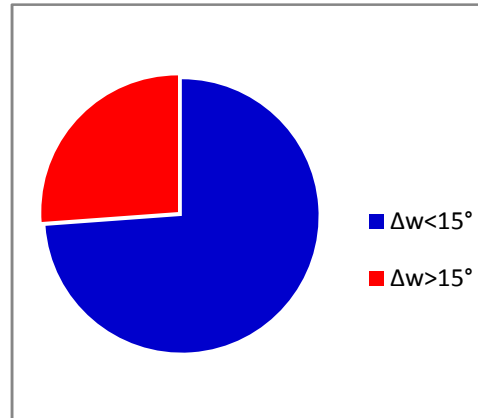
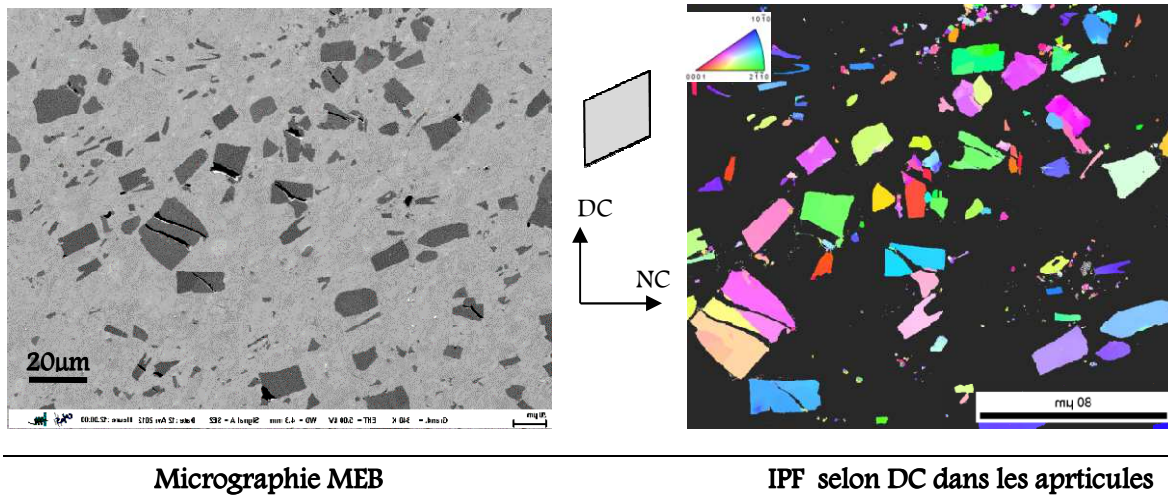


Figure 109 : résultats de la statistique sur l'angle de désorientation Δw de part et d'autre de fissure des particules poly-cristallines.

V.1.3.1.4. Comparaison de l'endommagement en cisaillement monotone selon DL et selon DT

L'examen de la microstructure du composite B déformé de $\gamma=50\%$ en cisaillement monotone selon la direction transverse (en MEB/ EBSD) et selon la direction de laminage (en MEB) est donné respectivement par la Figure 110 et la Figure 111.

Comme dans le cas du cisaillement selon DT des composites A et C, l'endommagement après cisaillement selon DL se manifeste par des ruptures de particules, mais semble qualitativement moins important. Globalement, l'orientation moyenne des particules, initialement selon DL, reste parallèle à la direction de cisaillement au cours du cisaillement



Micrographie MEB

IPF selon DC dans les apticules

Figure 110 : Aspect de l'endommagement du composite B après $\gamma=50\%$ de cisaillement simple monotone selon la direction transverse.

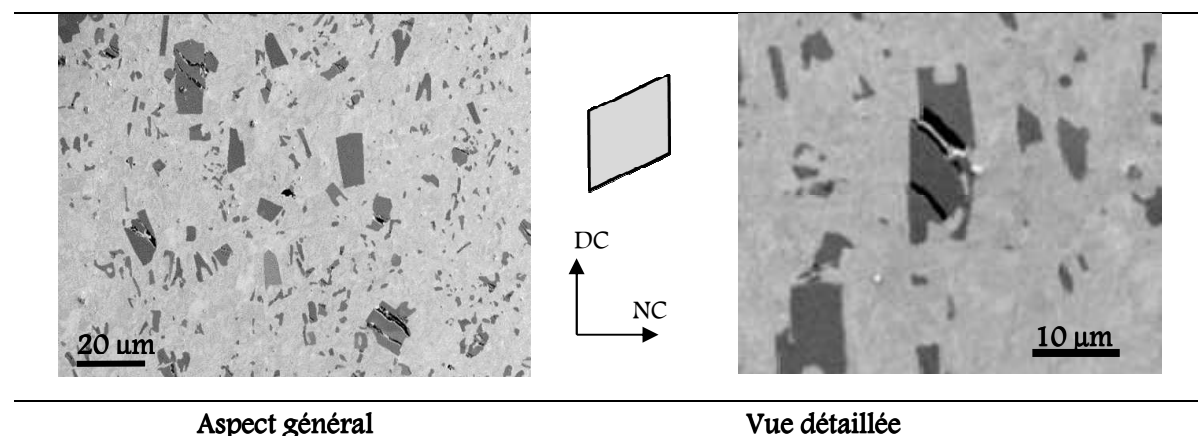


Figure 111 : Micrographies MEB montrant l'aspect de l'endommagement du composite B après $\gamma=50\%$ de cisaillement simple monotone selon la direction de laminage

Quantitativement, la distribution d'angles entre les fissures et la direction de cisaillement DC dans le cas du cisaillement DL, donnée par la Figure 112, montre que les fissures sont globalement orientées dans une direction comprise entre 35° à 65° par rapport à la direction de cisaillement DC et que la majorité de ces fissures est orientée dans une direction proche de 45° par rapport à DC. Ce qui suggère que la fissuration se produit en mode d'ouverture (mode I) lors du cisaillement des composites Fe-TiB₂ selon la direction de laminage. Ce résultat est globalement proche de celui observé dans le cas du cisaillement selon DT (Figure 104). De plus, tout comme pour le cisaillement DT, la fissure est majoritairement à 45° de l'orientation moyenne des particules (l'axe DL).

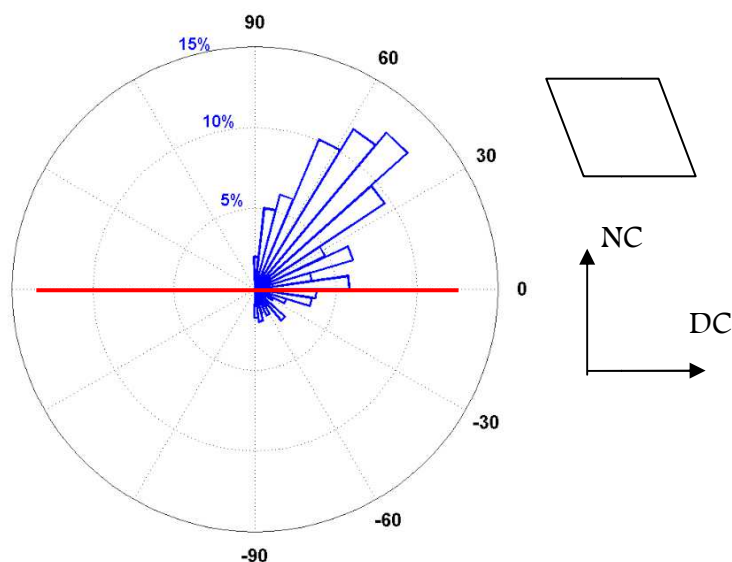


Figure 112 : Distribution d'angle d'orientation de fissures sur le plan (DC, NC). DC est parallèle à DL. La hauteur des pics correspond au pourcentage numérique des angles mesurés. Le trait plein symbolise l'orientation préférentielle des particules.

V.1.3.2. Mesure d'endommagement par tomographie X

Les mesures par tomographie X ont porté sur 11 éprouvettes. Le volume de matière exploré pour chaque éprouvette, en forme d' « allumette » (cf. Figure 86.b), est un cube de côté $a=630\mu\text{m}$ situé

dans la zone centrale de l'éprouvette. Les mesures sont donc effectuées dans l'épaisseur des éprouvettes déformées en cisaillement (Figure 113).

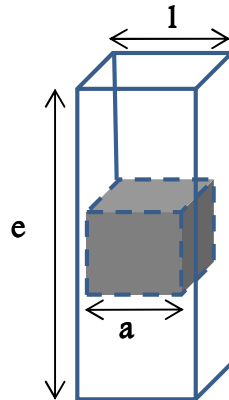


Figure 113 : Schéma du volume exploré en tomographie X.

V.1.3.2.1. Analyse qualitative.

La Figure 114 et la Figure 114 illustrent la microstructure de déformation, vue en tomographie X, des composites C et A respectivement à différents taux de déformation de cisaillement selon DT. Il est à noter que l'endommagement visible par tomographie X concerne essentiellement la population de grosses particules, comme montré ci-après, la résolution de la ligne synchrotron utilisée (II.2.1.4.1) est ainsi insuffisante pour la détection de l'endommagement des petites particules.

Qualitativement, les mécanismes d'endommagement des deux nuances de composites sont similaires. Quelques marques d'endommagement initial sont visibles sur la coupe tomographique correspondant à $\gamma=0\%$ de déformation (Figure 114.a) sous forme de ruptures de particules. Après $\gamma=5\%$ de déformation globale, la microstructure du composite ressemble beaucoup à celle de l'état initial (Figure 114.b et fig.30.a) et c'est à partir d'une déformation $\gamma=17\%$ que l'endommagement s'avère significatif avec essentiellement de la rupture des particules (Figure 114.c et Figure 114.b), puis conséquent pour $\gamma=50\%$ (Figure 114.d et Figure 114.c) avec des fissures plus larges.

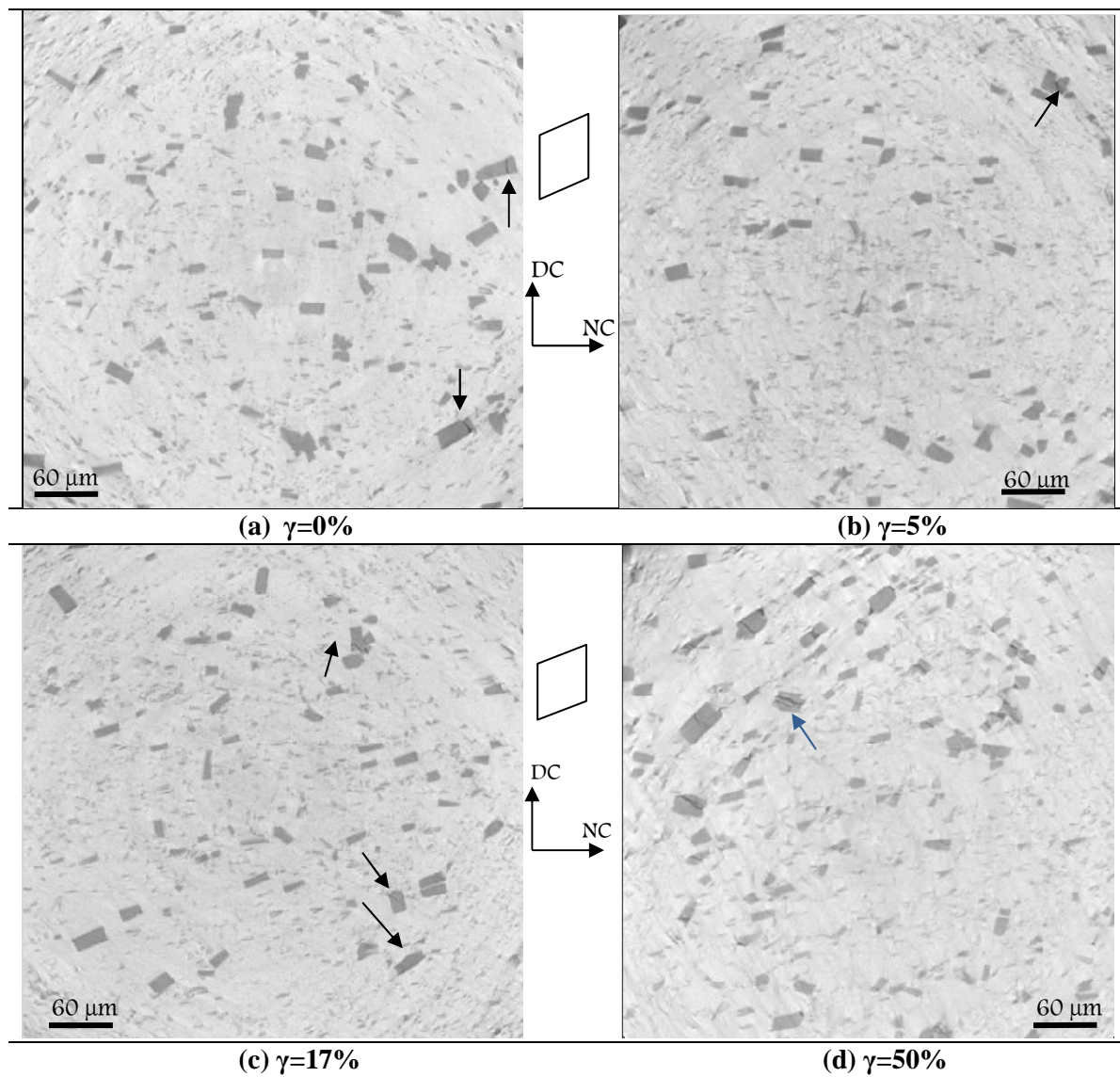


Figure 114 : Coupes tomographiques correspondant au composite C après cisaillement simple monotone selon DT pour (a) $\gamma=0\%$, (b) $\gamma=5\%$, (c) $\gamma=17\%$, (d) $\gamma=50\%$. Les flèches indiquent des particules cassées.

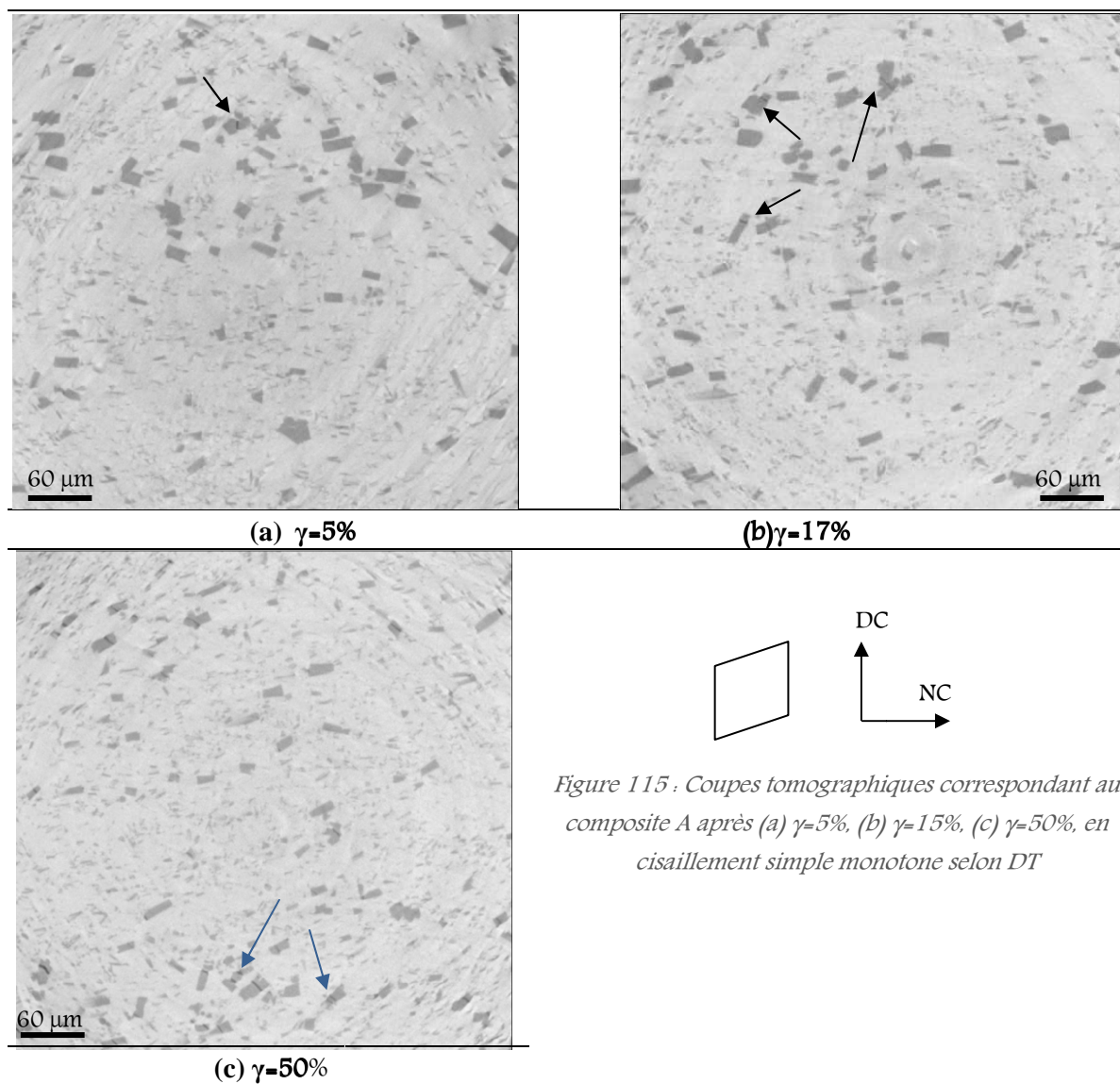


Figure 115 : Coupes tomographiques correspondant au composite A après (a) $\gamma=5\%$, (b) $\gamma=15\%$, (c) $\gamma=50\%$, en cisaillement simple monotone selon DT

La Figure 116 et la Figure 117 montrent la microstructure du composite B $\gamma=50\%$ en cisaillement monotone et inversé respectivement selon DT et selon DL. Le mode d'endommagement prépondérant semble identique pour les directions de sollicitation, essentiellement par rupture des particules TiB₂. Le phénomène de multifissuration est également décelable dans les deux cas.

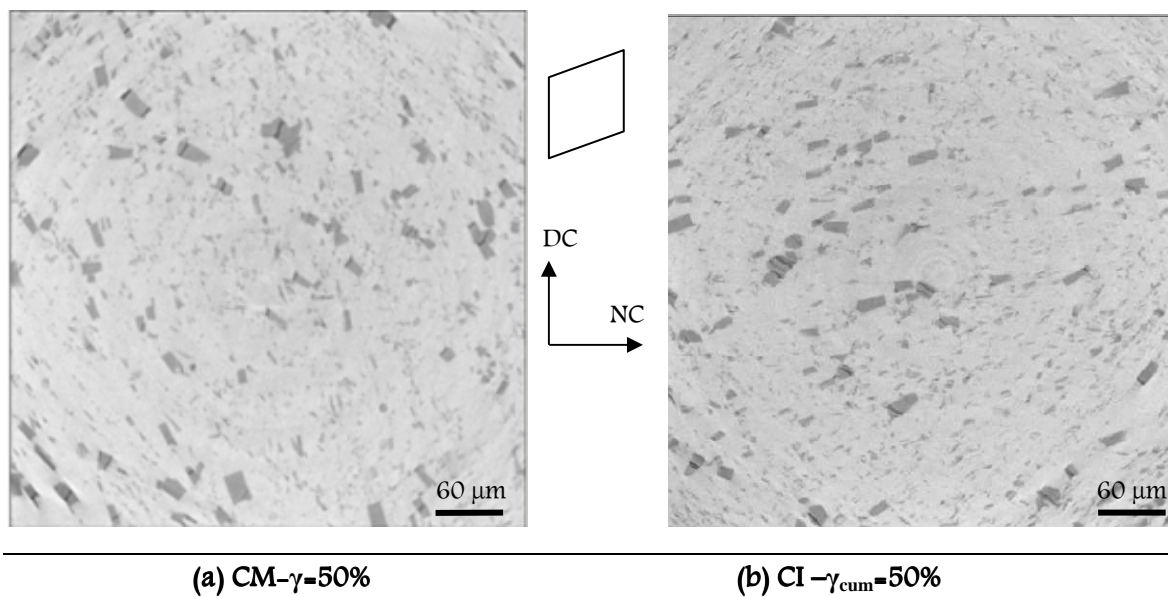


Figure 116 : Coupe tomographique du composite B après $\gamma=50\%$ en cisaillement (a) monotone et (b) inversé selon la direction transverse.

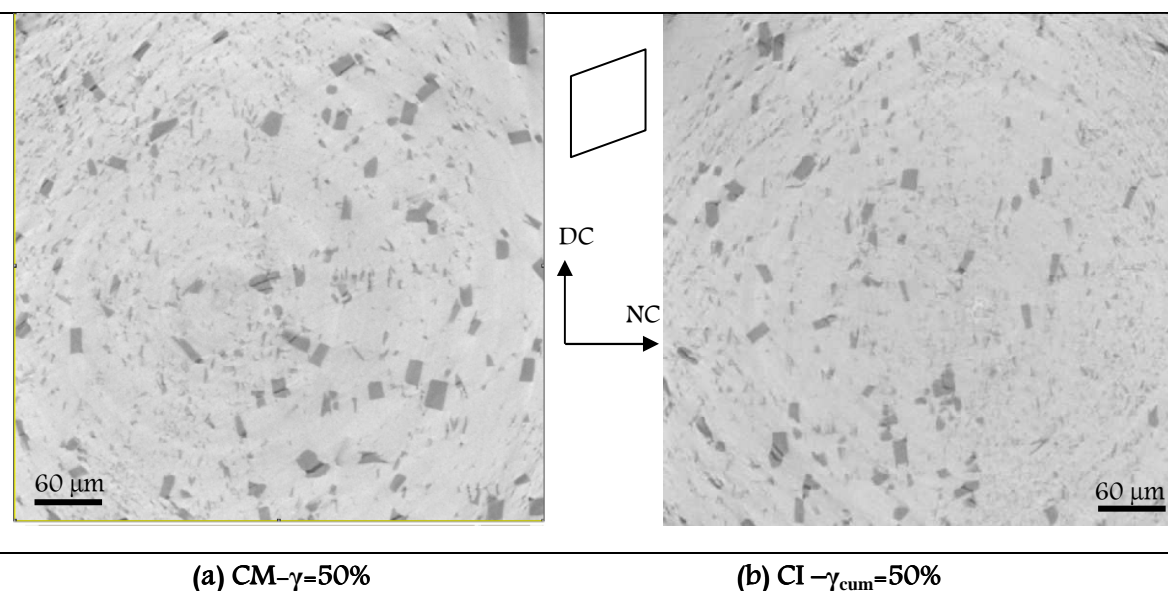


Figure 117 : Coupe tomographique du composite B après $\gamma=50\%$ en cisaillement (a) monotone et (b) inversé selon la direction de laminage

V.1.3.2.2. Evolution de la porosité en cisaillement simple monotone

La quantification de la porosité dans les états déformés nécessite une étape de seuillage des cavités pour chaque état de déformation investigué. La Figure 118 illustre, pour le matériau C, le rendu volumique de cavités créées après $\gamma=50\%$ en cisaillement monotone. Les porosités correspondantes aux autres états déformés des composites A et C sont présentées en annexe 2.b.

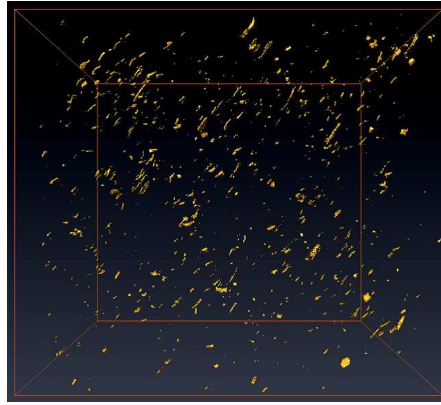


Figure 118 : Illustration de la porosité mesurée par tomographie X après $\gamma=50\%$ en cisaillement monotone dans le cas du composite C

Le volume total des cavités (V_p) est adimensionné par le volume de matière observé (V_0), ainsi la fraction volumique de porosité F_p est calculée pour les différents états déformés en chargement monotone dans le cas des composites A et C et représenté sur la figure 118.

$$F_p = \frac{V_p}{V_0} \quad (13)$$

Il en ressort que les cinétiques d'amorçage de l'endommagement sont similaires pour les deux composites. Cependant à fortes déformations plastiques, la fraction volumique de porosité est plus importante pour le composite à petits grains de ferrite.

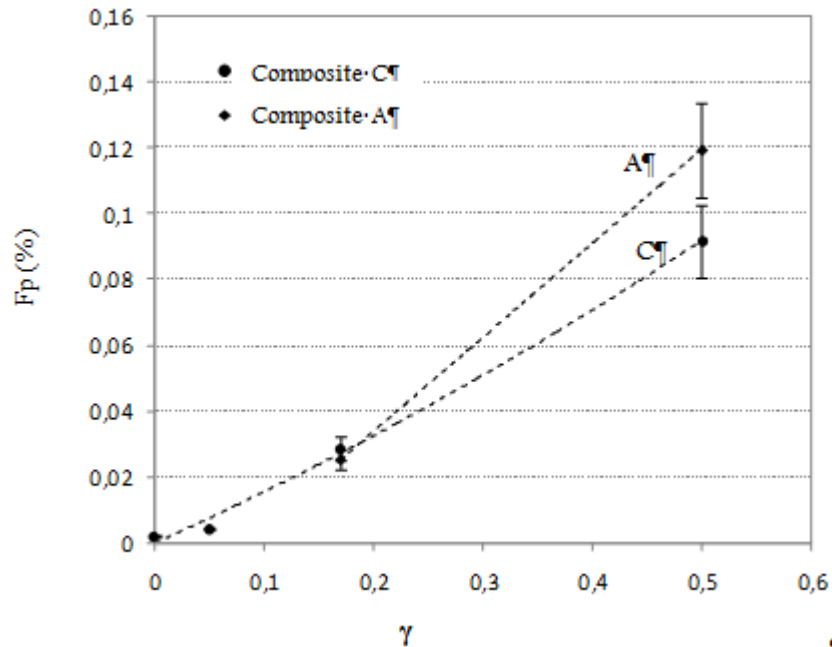


Figure 119 : Evolution de la fraction volumique de porosité en fonction de la déformation en cisaillement pour les composites A et C

Anisotropie de l'endommagement

En chargement monotone aussi bien qu'en inversé, la fraction volumique de porosité présente dans le volume de matière exploré est plus importante dans le cas du cisaillement selon DT qu'en cisaillement selon DL (Figure 120). Par ailleurs pour les deux directions de cisaillement, l'endommagement en chargement monotone est plus important qu'en inversé pour une même déformation cumulée $\gamma=50\%$.

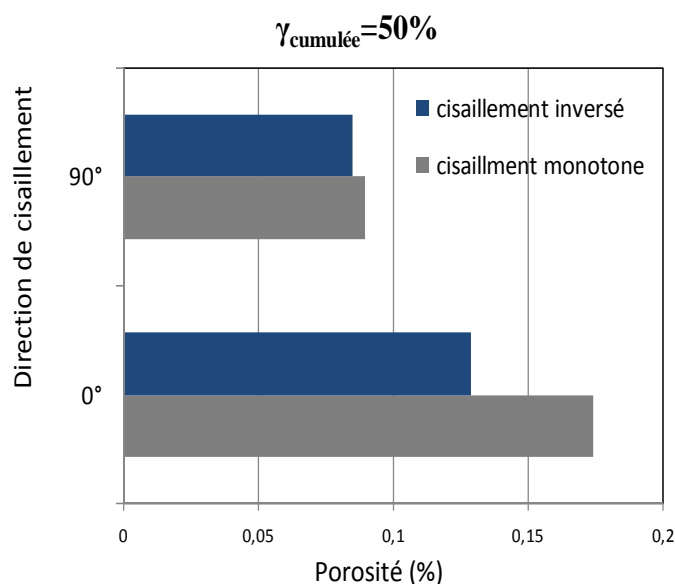


Figure 120 : Comparaison de la fraction volumique de porosité du composite B en chargement monotone et inversé selon DL et DT après une déformation globale cumulée $\gamma=50\%$

V.1.3.3. Comparaison des mesures d'endommagement par MEB et par tomographie X

Les observations réalisées en MEB et en tomographie ont porté sur des éprouvettes physiquement différentes. Cependant, pour un état de déformation donné, les différents échantillons ont été prélevés dans la zone utile d'une même éprouvette.

La Figure 121 présente l'évolution, en MEB et en tomographie X, de la fraction numérique de particules cassées avec la déformation macroscopique de cisaillement dans le cas du composite C. Globalement la fraction de particules cassées est plus élevée en mesures MEB comparée à celle mesurée en tomographie, ce qui est probablement lié au fait que l'endommagement des petites particules n'est pas comptabilisé dans la mesure tomographique. Par contre la cinétique d'endommagement semble évoluer plus rapidement en volume après la phase d'apparition d'endommagement significatif (à partir de $\gamma=17\%$), avec une quantité d'endommagement, mesurée par tomographie X, qui tend à se rapprocher de celle du MEB à fortes déformations suggérant que l'endommagement est essentiellement contrôlé par la famille des grosses particules. Ce qui confirme l'analyse quantitative par MEB (Figure 103).

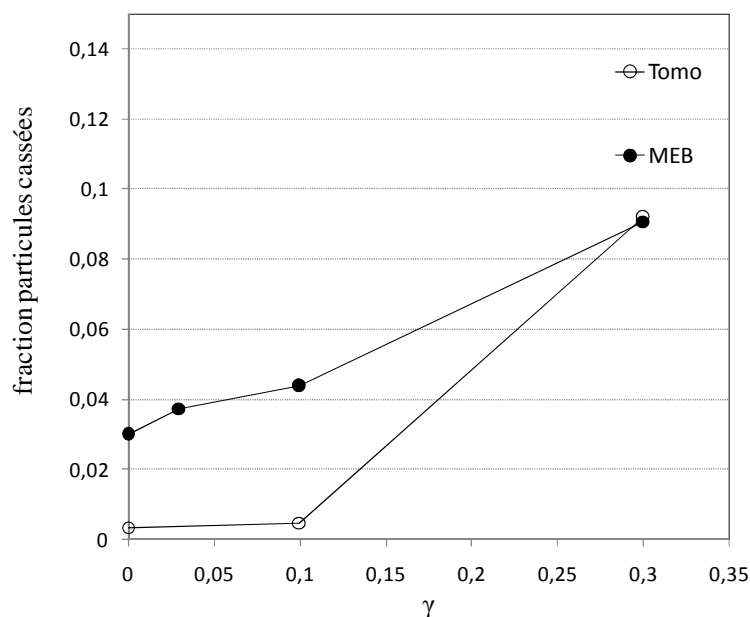


Figure 121 : Evolution de la fraction numérique de particules cassées avec la déformation de cisaillement en tomographie X et à partir des observations MEB dans le cas du composite C.

Les travaux de (Buffière, Maire et al. 1999) sur un alliage d'aluminium 6061 renforcé par 10% des particules SiC de taille moyenne 150µm et ceux de (Babout 2002) réalisés sur un alliage d'aluminium Al2124(T6)/4% ZS montrent que l'accroissement de l'endommagement est plus important en volume (mesuré par tomographie X lors d'essais in situ) qu'en surface (polie mécaniquement). Ce résultat est cohérent avec les résultats de la Figure 121 (bien que les observations MEB soient ici faites à 1/6 de l'épaisseur de la tôle). En revanche, contrairement aux observations de ces auteurs, la fraction de particules cassée mesurée en MEB est plus importante que celle en tomographie X. Ceci n'est pas très surprenant dans la mesure où la contribution à l'endommagement, non négligeable, des petites particules n'est pas considérée par les mesures tomographiques. Par contre le fait que la mesure en tomographie, à grandes amplitudes de déformations plastiques, tend à rejoindre celle en MEB (Figure 121) suggère que les mécanismes sont surtout contrôlés par les grosses particules.

V.1.4. Synthèse des investigations sur les états déformés en cisaillement simple

Les investigations MEB-EBSD et tomographie X sur les composites Fe-TiB₂ après cisaillement simple monotone et inversé ont permis d'établir les caractéristiques statistiquement représentatives de leur comportement mécanique et l'influence de la taille de grains de la matrice.

- Au cours de la déformation plastique en cisaillement monotone, une structuration intragranulaire hétérogène, mise en évidence en EBSD par les évolutions de désorientations, se développe progressivement dans la matrice. La présence des particules peut influencer les hétérogénéités locales, sans toutefois provoquer d'hétérogénéités spécifiques systématiques au voisinage des renforts TiB₂, à l'échelle considérée. La comparaison de l'évolution avec la déformation des profils de désorientations locales des composites A et C suggère par ailleurs une hétérogénéité de déformation plastique plus importante dans le cas de la matrice à petits grains, de

manière analogue à des travaux concernant des aciers dual-phase (Calcagnotto, Adachi et al. 2011).

- L'ensemble des investigations réalisées sur les éprouvettes déformées en cisaillement simple selon DT ou DL jusqu'à de relativement grandes déformations plastiques, sur des sections polies en MEB ou en volume par tomographie X montre que l'endommagement des composites s'amorce essentiellement par ruptures de particules TiB₂. Les particules peuvent contenir une ou plusieurs fissures, dont l'orientation est statistiquement proche de la direction d'extension maximale en cisaillement, indiquant une fissuration globalement en mode d'ouverture (mode I). Cet endommagement est significatif à partir d'une déformation $\gamma=17\%$. La décohésion matrice/particule est très rarement observée et reste limitée à quelques observations après de fortes amplitudes de déformations ($\gamma=50\%$), ce qui témoigne de la très bonne tenue de l'interface Fe/TiB₂, confirmées par les investigations MET de (Cha, Lartigue-Korinek et al. 2012) (cf.§I.1.4) qui ont mis en évidence des interfaces propres exemptes d'éventuelles phases fragilisantes.

Les observations du présent travail ont porté essentiellement sur des éprouvettes déformées en cisaillement dont les faciès de rupture n'ont pas pu être observés. Toutefois l'observation de faciès de rupture en traction d'une éprouvette du composite B fournie par ArcelorMittal (Figure 122) confirme les mécanismes d'endommagement identifiés avec la rupture de petites (PP) et grosses (GP) particules, et mettent en évidence en plus l'aspect de rupture ductile de la ferrite, indiquée par l'apparition de cupules visible sur le faciès de rupture.

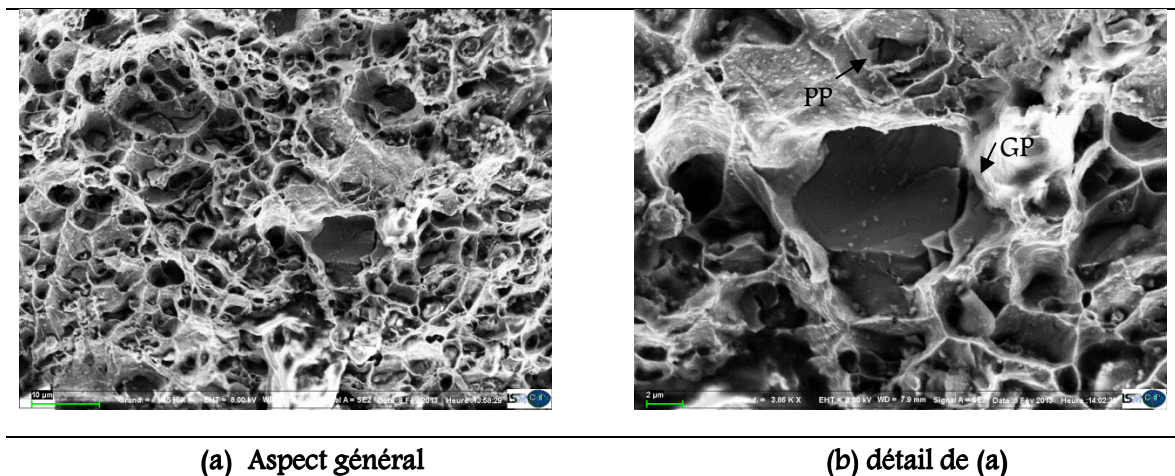


Figure 122 : Faciès de rupture en traction du composite B

L'endommagement paraît peu sensible à l'aspect cristallin des particules TiB₂. En effet, l'analyse de l'orientation cristallographique des particules TiB₂ (à partir de l'EBSD), montre que les particules rompues sont mono ou polycristallines, avec une fissure qui ne suit pas forcément les joints des particules polycristallines.

Grâce aux apports complémentaires des analyses en MEB et en tomographie, il a pu être montré qu'à la fois les petites (PP) et grosses (GP) particules TiB₂ contribuent à l'endommagement total des composites Fe-TiB₂, mais la fraction numérique des GP cassées est toujours supérieure à celle des

PP cassées, et augmente nettement plus vite avec la déformation. Ceci corrobore les tendances connues sur l'endommagement des CMM en général, avec une résistance des particules qui diminue avec l'augmentation de leur taille (cf. §I.2.2.4).

L'inversion du sens de chargement, conduit, pour une même déformation cumulée ($\gamma=50\%$) à une proportion de particules cassées plus faible qu'en chargement monotone, ce qui n'est pas étonnant puisque le mode d'ouverture des fissures est moins accentué. Par ailleurs, l'endommagement est plus prononcé en cisaillement monotone selon DT que selon DL, ce qui peut être lié à l'élanement des particules et aux différences de rotation induites par le chargement.

La comparaison des résultats obtenus pour les composites A et C montre que le durcissement de la matrice par réduction de la taille de grains s'accompagne d'une augmentation de l'endommagement des particules, nettement perceptible en chargement monotone après de grandes déformations plastiques. Ce résultat, cohérent avec d'autres travaux sur l'endommagement de composites à matrice métallique base Al (Babout, Maire et al. 2004), pointe les limites du durcissement de la matrice de CMM à renforts fragiles vis-à-vis de leur tenue mécanique en mise en forme.

V.2. Etats déformés en flexion in situ

Dans cette section, sont présentés de manière qualitative les mécanismes de déformation plastique de la matrice et d'initiation de l'endommagement rencontrés lors d'essais in situ de flexion 4 points, réalisés sur deux éprouvettes (cf. II.2.2.2).

En effet, tenant compte de l'orientation préférentielle des particules TiB₂ (explicitée dans §III.1.1 et schématisé sur la figure 122), deux types d'éprouvettes ont été prélevés dans le plan de la tôle du composite B : une selon la direction de laminage (éprouvette longitudinale (L) et une deuxième selon la direction transverse (éprouvette transversale (T), comme indiquée sur la figure 122).

Le plan de flexion correspond au plan (DL, DN) dans le cas de l'éprouvette (L), et (DT, DN) dans le cas de l'éprouvette (T).

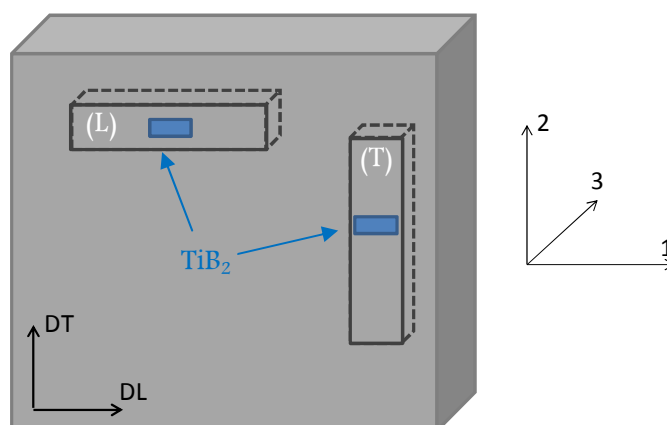


Figure 123 : Schéma de prélèvement des éprouvettes de flexion. Les rectangles bleus indiquent l'orientation préférentielle des particules

Les dimensions de chaque éprouvette sont données par le Tableau 18. Ces essais ont été réalisés uniquement sur la nuance B pour un souci de disponibilité de matière d'une part, et de fait que l'anisotropie de l'endommagement en cisaillement a été étudié sur cette même nuance de composite (cf. §IV.1.1).

Tableau 18 : Dimensions des éprouvettes (L) et (T)

	Longueur (mm)	Largeur (mm)	Epaisseur (mm)
Eprouvette (L)	35	2,68	5
Eprouvette (T)	35,18	2,76	4,47

Les observations MEB sont effectuées à quatre arrêts de l'essai de flexion, numérotés de 1 à 4 sur la courbe Force(F) –déplacement(u) acquise au cours de l'essai (Figure 124), chaque arrêt produit sur la courbe F-u un décrochement correspondant aux relaxations de contraintes lors de l'arrêt du déplacement imposé.

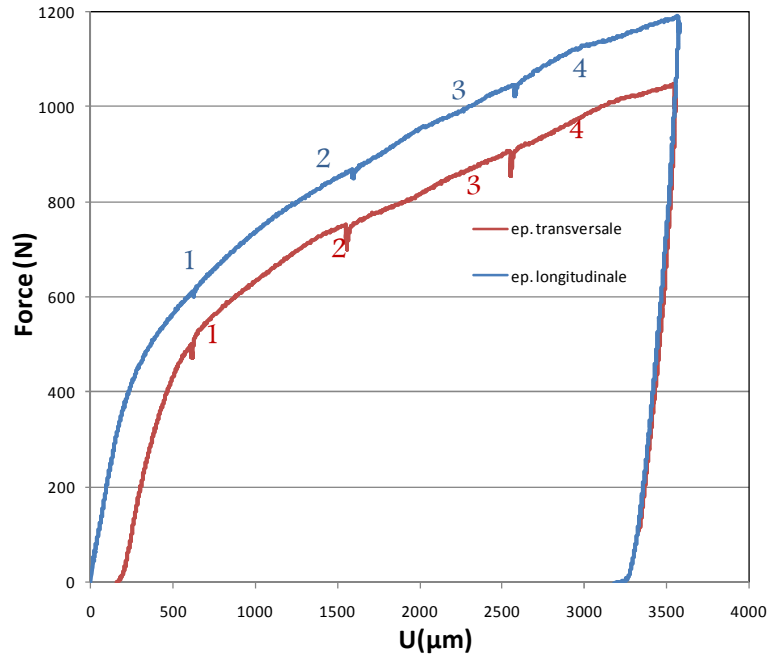


Figure 124 : courbes force-déplacement issues d'essais de flexion 4 points

Les observations lors des deux essais de flexion ont été réalisées dans la zone localement en traction ou en compression, indiquées sur la Figure 125. Très peu de marques d'endommagement ont été décelées sur la zone en compression, même si, localement quelques particules fissurées peuvent être observées en fin d'essai (Figure 126).

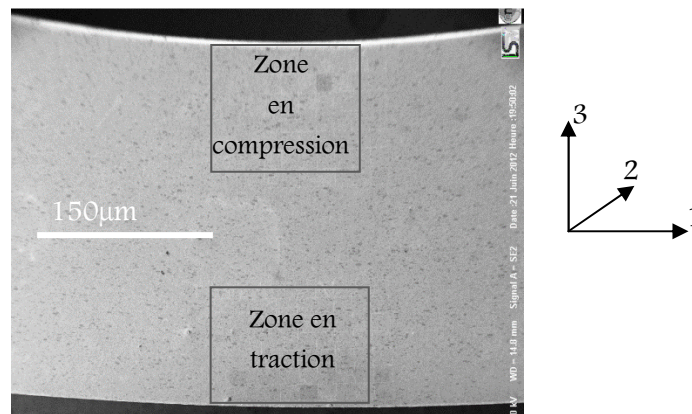


Figure 125 : Aspect de l'éprouvette de flexion en fin de l'essai. Le déplacement est imposé selon la direction 3

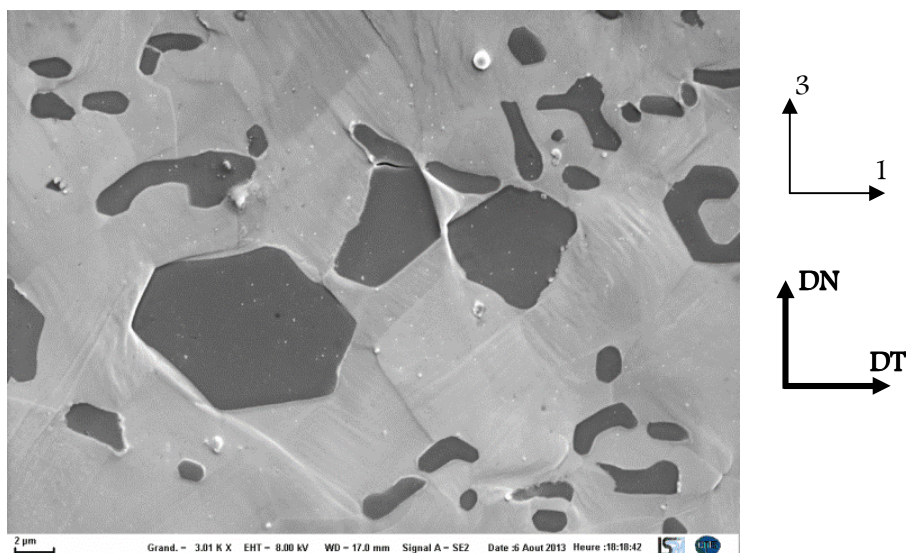


Figure 126 : Aspect de la microstructure de l'éprouvette (T) sur la zone en compression en fin de chargement

Dans la suite, seules les observations relatives à la zone en traction sont détaillées. La déformation axiale ϵ_{11} relative à cette zone a été estimée à partir de la simulation par éléments finis de l'essai de flexion présentée en annexe 2.c. Le Tableau 19 récapitule pour chaque arrêt en déplacement u , la déformation correspondante ϵ_{11} dans le cas des deux éprouvettes transversale (T) et longitudinale (L).

Tableau 19 : Déformations ϵ_{11} estimées par MEF dans la zone en traction pour les différents points d'arrêts de l'essai de flexion

u (μm)	600	1550	2500	3500
ϵ (T)	0,014	0,035	0,055	0,074
ϵ (L)	0,013	0,033	0,053	0,073

V.2.1. Aspect général de la microstructure sur la zone en traction

L'aspect de la microstructure sur la zone « en traction » en fin de chargement est donné par la Figure 127. A ce stade, la microstructure présente des bandes de glissement dans la matrice témoignant de la déformation plastique de celle-ci et de la rupture de particules qui se produit essentiellement au voisinage du bord libre de l'éprouvette avec des fissures statistiquement perpendiculaires à la direction de traction. Cependant toutes ne cassent pas durant l'essai, et par ailleurs les fissures sont confinées dans les particules et ne progressent pas dans la matrice.

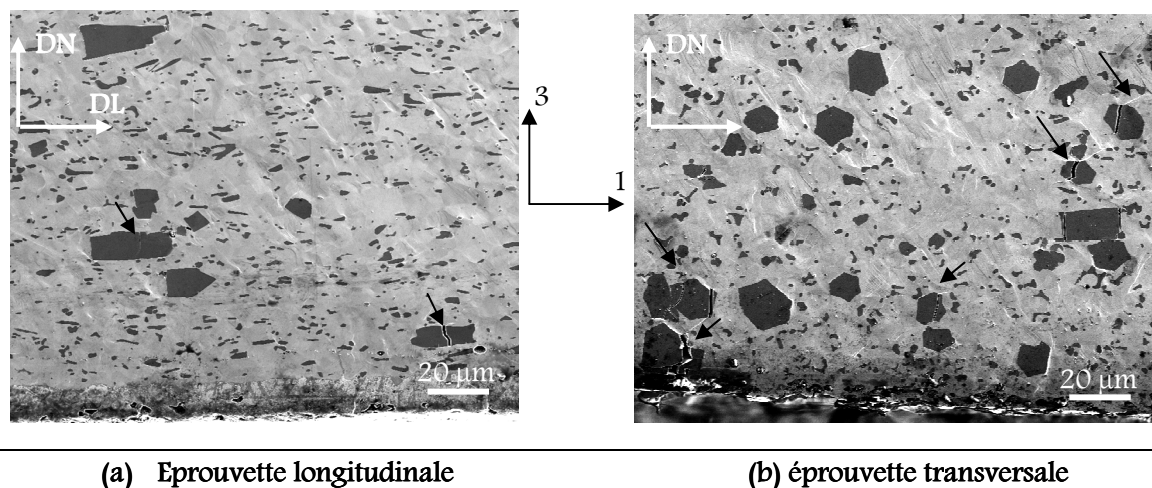


Figure 127. Aspect de la microstructure du composite B, en fin de chargement de flexion 4 points observée sur la zone en traction. Les flèches indiquent les particules endommagées

V.2.2. Suivi de l'évolution microstructurale

Des séquences montrant le développement de la déformation plastique et de l'endommagement dans le composite ont pu être observées à différents niveaux de chargement et présentées par l'ensemble des figures 128-138.

Dès le début de la déformation, des marques de déformations plastiques apparaissent dans la matrice avec la manifestation de lignes de glissement (Figure 128.a), plus ou moins sinueuses, qui s'accroissent au cours du chargement (Figure 128.b et c) et qui sont majoritairement orientées dans des directions faisant un angle proche de 45° avec la direction 1, ce qui correspond à la direction de cisaillement maximale en traction (Figure 129.d et e) et (Figure 131.b). Ces bandes semblent également plus accentuées au voisinage des particules TiB₂ (Figure 129.d). Lorsqu'elles sont rectilignes, les lignes de glissement sont compatibles avec les traces de plans {110} glissement facile du fer comme le montre la cartographie EBSD de la matrice (Figure 130.a) pour les observations MEB de la figure 128.e. Enfin, les déorientations locales créées dans la matrice au cours de la déformation, suivies à partir de la représentation des cartographies du Kernel (Figure 136), apparaissent préférentiellement au voisinage des particules dans des zones localement riches en TiB₂ (Figure 136.b).

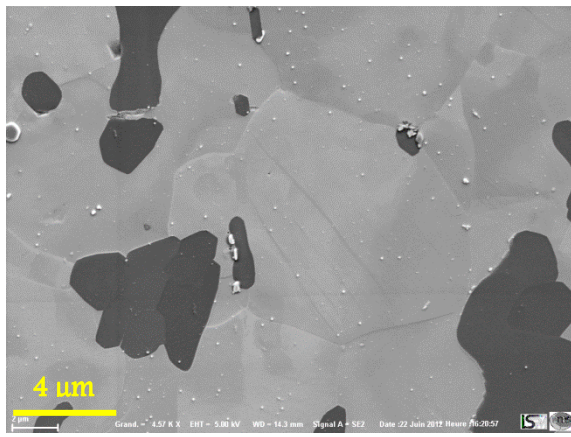
Concernant l'endommagement, avant le chargement en flexion, quelques rares marques d'endommagement initial des particules TiB₂ ont été détectées essentiellement au sein de petites particules (sous forme de ruptures ou décohésions) ou dans les amas, comme l'illustre la Figure 132.a. Cet endommagement évolue peu au cours de la déformation de flexion (Figure 132.b).

Les premières marques d'endommagement induites par la flexion ont été décelées, pour les deux types d'éprouvettes, lors du deuxième arrêt de l'essai (cf. Tableau 19), sous forme de fissures qui apparaissent dans les PP et GP (Figure 129.b et Figure 137.b) perpendiculairement à la direction correspondant à la traction. Après initiation, les fissures s'élargissent progressivement avec la déformation (figure 128.c et d ; Figure 137.c). Parallèlement à l'ouverture de ces fissures, d'autres

apparaissent au sein de nouvelles particules ; voire aussi dans des particules déjà endommagées ce qui conduit à un phénomène de multi-fissuration (Figure 133.b et c), qui semble concerner plutôt des particules élancées (Figure 134).

Par ailleurs, les fissures détectées lors de la sollicitation de flexion ne sont pas toujours rectilignes et semblent changer de direction particulièrement lorsqu'il s'agit de particules poly-cristallines ou d'amas de particules tel que le montrent les observations MEB de la Figure 131 et l'orientation cristallographique des particules TiB₂, donnée par les analyses EBSD, présentée sur la Figure 130.b et c et la Figure 133.d et e. De plus, les fissures qui apparaissent au sein de particules poly-cristallines ne suivent pas forcément les joints de grains (Figure 138) favorisant ainsi une rupture plutôt transgranulaire. Quant aux particules TiB₂ monocristallines, l'analyse EBSD présentée sur la Figure 135, montre que celles-ci sont également concernées par l'endommagement avec une fissure globalement rectiligne. Il est à noter que, à l'échelle des analyses effectuées (i.e. MEB/ EBSD), aucune marque de plasticité évidente n'a été décelé au sein des particules TiB₂, ce qui pourrait être appuyé par l'analyse de désorientations transgranulaires dans les particules TiB₂ avant et en fin d'essai comme illustré par la Figure 138.a et b.

Enfin, en pointe de fissure des petites et grosses particules TiB₂, des bandes de glissement dans la matrice sont souvent aperçues suggérant une localisation intense de la déformation en pointe de fissure (figure 128.d, Figure 137.c et Figure 135.a).



(a) Arrêt 1

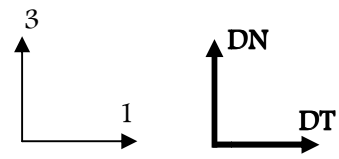
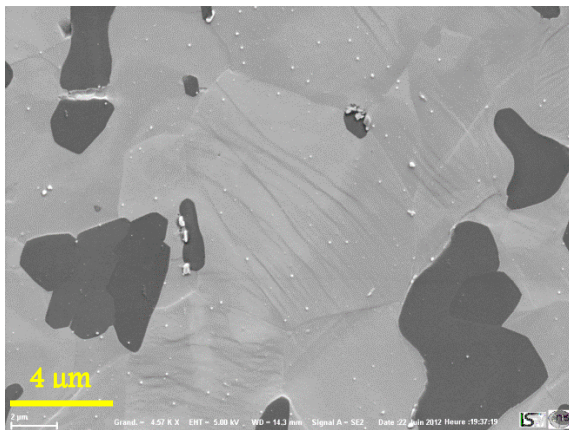
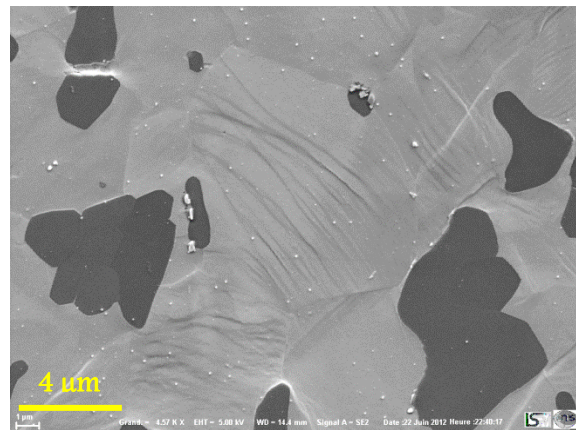


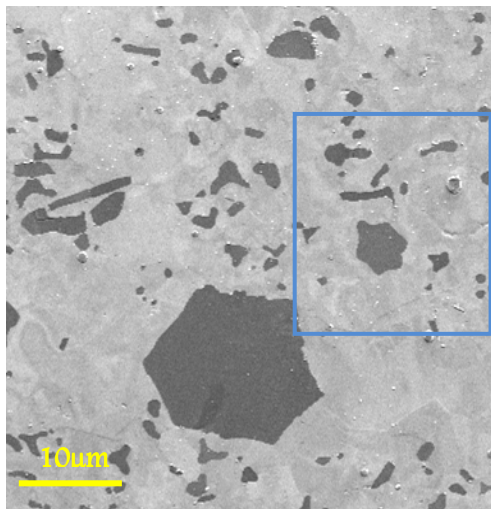
Figure 128 : illustrations du développement de la déformation plastique de la matrice dans le cas de l'éprouvette transversale en flexion 4 points.



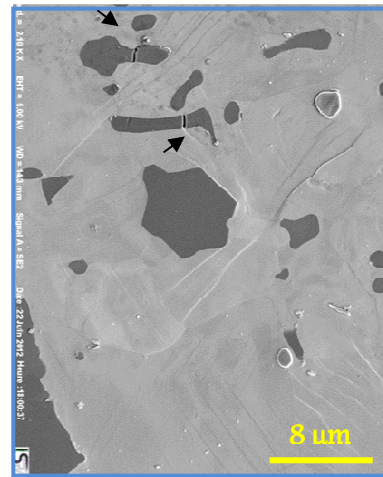
(b) Arrêt 2



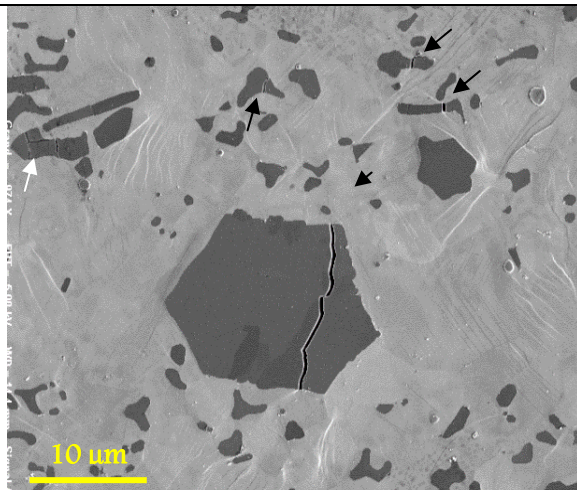
(c) Arrêt 3



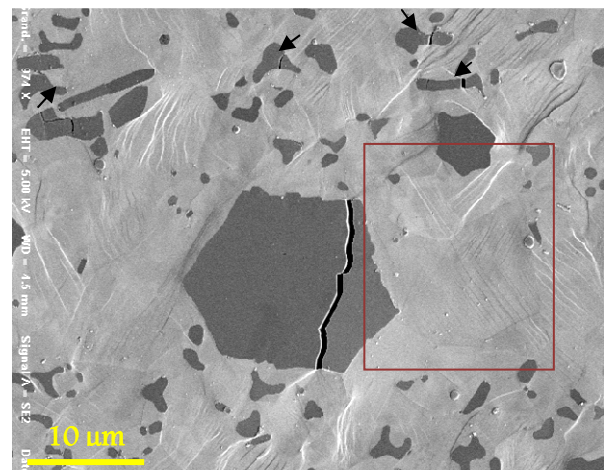
(a) Avant essai



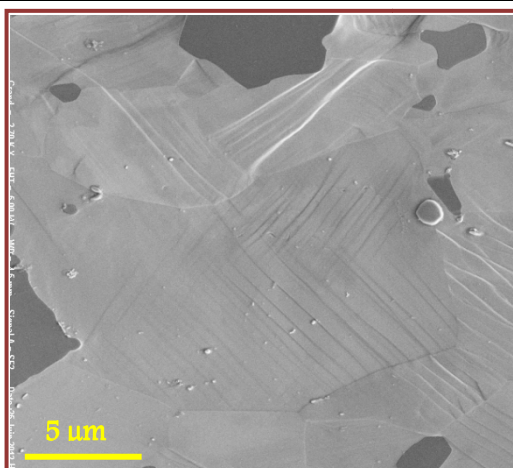
(b) Arrêt 2



(c) arrêt 3



(d) arrêt 4



(e) détail de (d)



Figure 129 : Evolution au cours de la flexion d'une zone de l'éprouvette transversale du composite B repérée (a) avant essai et aux arrêts (b-e) 2 à 4.

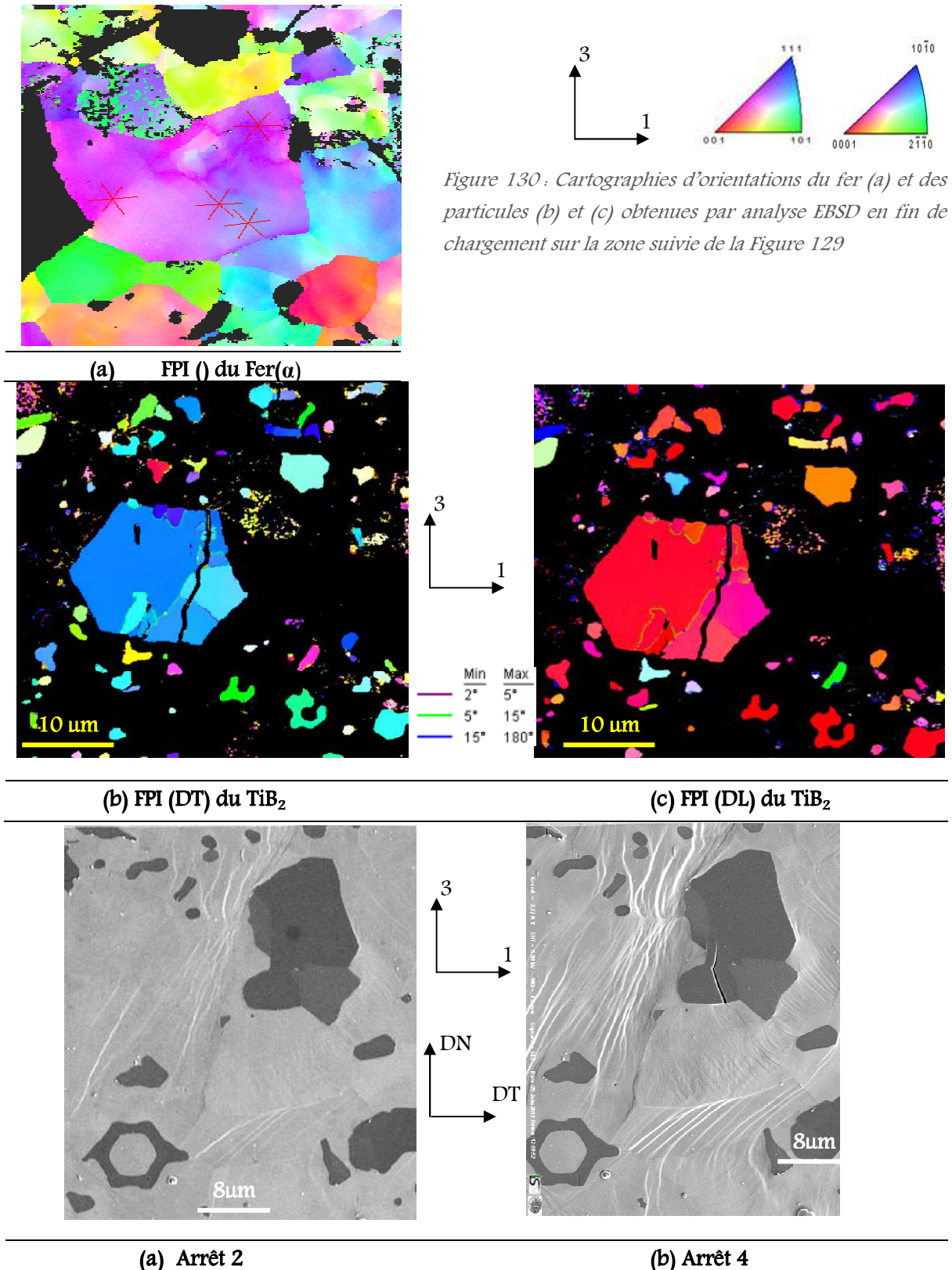
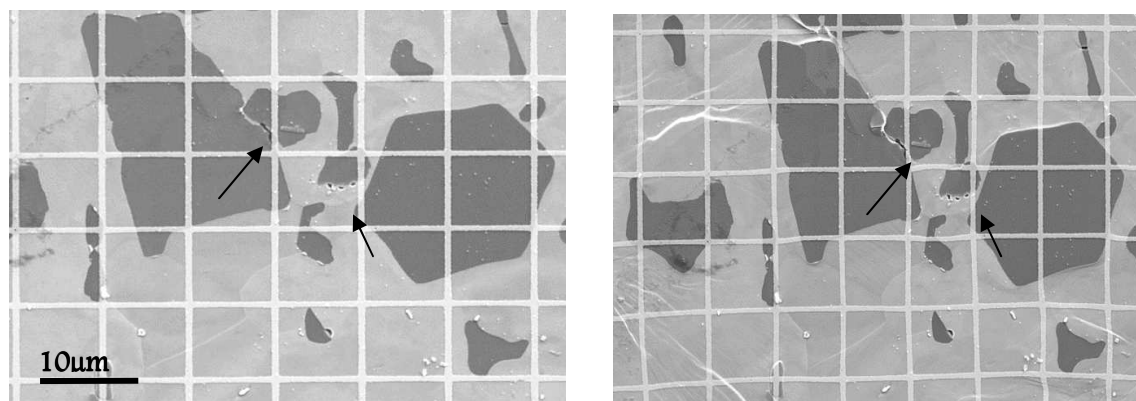


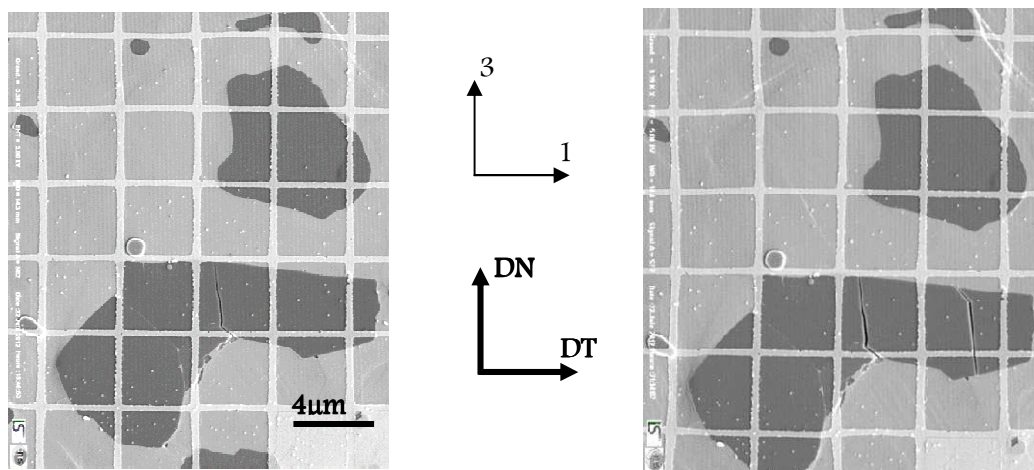
Figure 131 : Illustrations sur les mécanismes de déformation de la matrice au voisinage des particules TiB₂ dans le cas de l'éprouvette transversale



(a) Avant essai

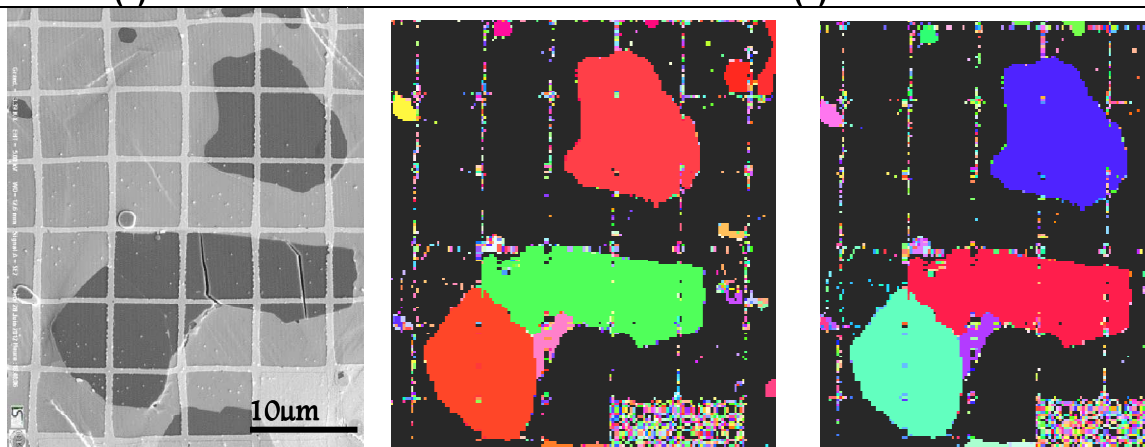
(b) Arrêt 3

Figure 132 : Exemple d'endommagement initial non évolutif des particules TiB₂ (indiqués par des flèches)(a) avant essai et (b) à l'arrêt 3 de l'éprouvette (T)



(a) Arrêt 2

(b) Arrêt 3



(c) Arrêt 4

(d) FPI (DL) TiB₂

(e) FPI (DT) TiB₂

Figure 133 : illustration de la multifissuration des particules TiB₂ observée durant l'essai de flexion de l'éprouvette (T). (a, b, c) micrographies MEB, (d, e) analyses EBSD avant essai.

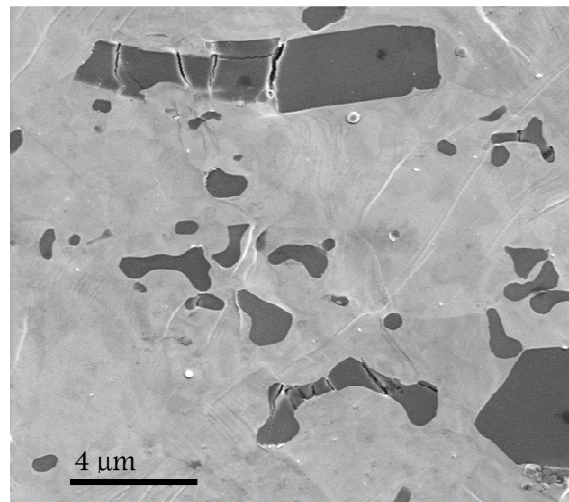
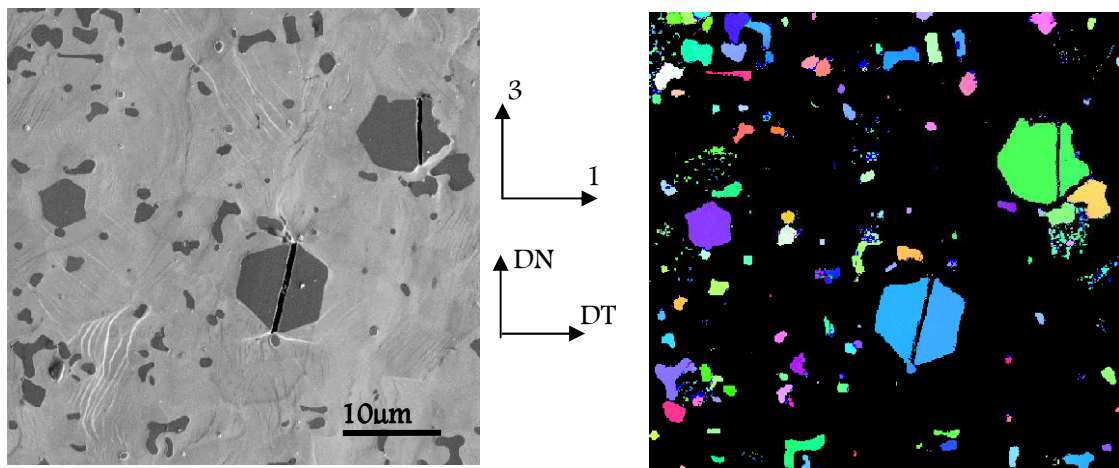


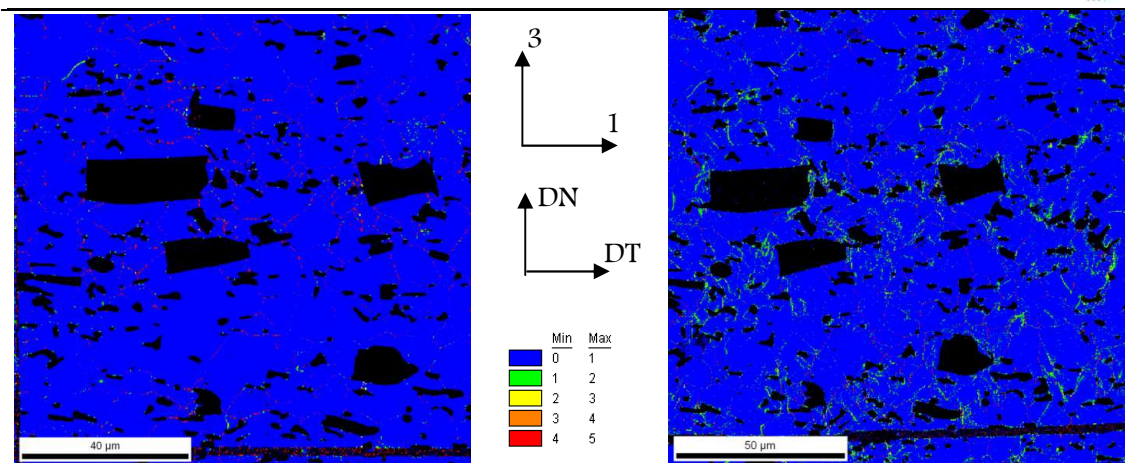
Figure 134 : Multifissuration des particules élancées dans le cas d'éprouvette(T)



(a) Micrographie MEB

(b) Analyse EBSD-FPI DT

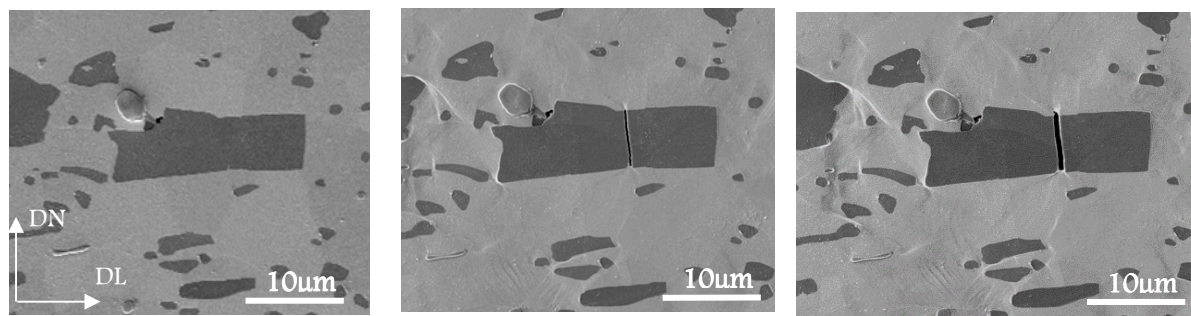
Figure 135 : Caractéristiques de l'endommagement des composites Fe-TiB₂ en flexion 4 points en fin d'essai après 7,3% de déformation globale



(a) Avant essai

(b) En fin d'essai

Figure 136 : Cartographies de désorientations locales de kernel dans la matrice ferritique de l'éprouvette (L) avant et après essai de flexion.

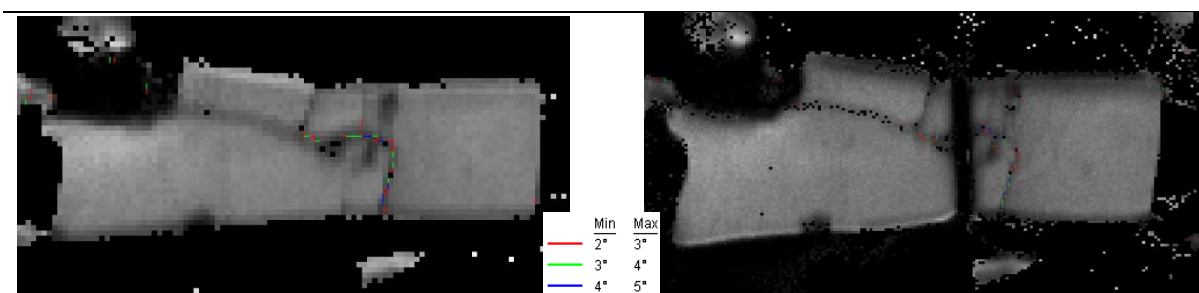


(a) avant essai

(b) Arrêt 2

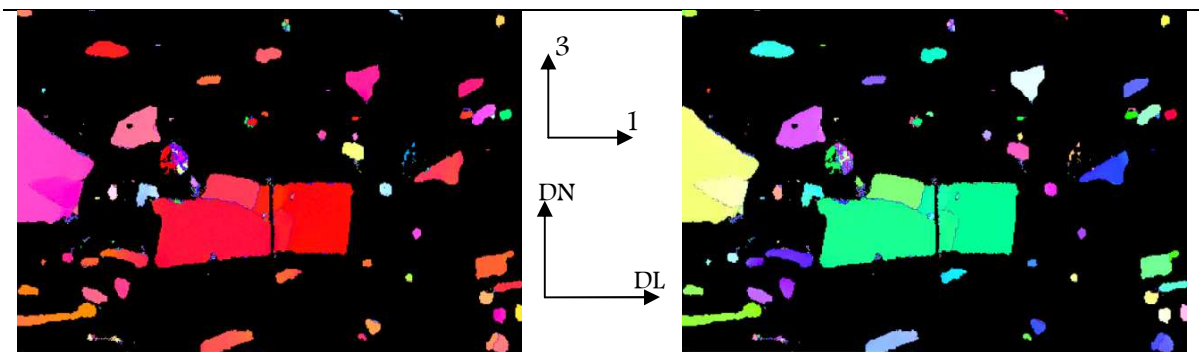
(c) Arrêt 4

Figure 137. suivi de la fissuration dans une particule au cours de la flexion de l'éprouvette longitudinale (L) du composite B.



(a) IQ- avant essai

(b) IQ- fin essai



(c) FPI (DL)

(d) FPI (DN)

Figure 138. Analyses EBSD de l'illustration de la Figure 137. (a) et (b) Superposition de la cartographie IQ et des angles de désorientations $2 < \theta < 5^\circ$ avant et en fin d'essai. (c) et (d) superpositions des cartographies d'orientations des particules TiB₂ (DL) et (DN) avec les LABD's et HABD's en fin d'essai.

V.2.3. Synthèse des investigations en flexion in-situ

Les observations in situ de la microstructure déformée du composite Fe-TiB₂ en flexion, ont permis de mettre en évidence :

- Des marques de déformation plastique de la matrice sous forme de lignes de glissement orientées à 45° de l'axe de traction dans cette zone, émergeant en surface dès le début de la flexion et qui, dans les cas analysés sont compatibles avec des traces de plans de glissement faciles du Fe α .
- L'initiation et l'évolution de ruptures de particules au cours de la flexion. L'endommagement s'amorce dans la zone sollicitée globalement en traction et se manifeste par la rupture de petites et grosses particules, qui cassent en mode d'ouverture avec majoritairement une rupture transgranulaire de particules polycristallines. Ces résultats corroborent les analyses statistiquement représentatives effectuées en cisaillement simple et suggèrent que le mode de fissuration dépend peu du chargement mécanique.

La présence de bandes de cisaillement dans la matrice en pointe de fissure a été décelée dans des directions voisines de 45° du plan de fissure, évoquant des résultats classiques (Maire. E, 1995), (Da Silva 1991) témoignant d'une déformation plastique localisée intense induite dans la matrice par la particule cassée, sans toutefois provoquer de propagation de fissure dans la matrice pour les niveaux de déformation atteints.

- Le phénomène de multi-fissuration, observé principalement au sein de particules élançées est cohérent avec les observations expérimentales de plusieurs auteurs (Lloyd 1991), (Maire 1995) qui ont signalé que les particules « allongés » rompent souvent selon deux ou plusieurs fissures parallèles, indiquant que le renfort est encore capable d'absorber les charges depuis la matrice après une première fissuration.

Conclusion

Ce chapitre a permis d'analyser qualitativement et quantitativement, les modes de déformation plastique et d'endommagement des composites Fe-TiB₂ en cisaillement simple monotone et inversé, ainsi qu'en flexion 4 points in-situ. Les points suivants ont pu être dégagés :

A l'échelle des analyses MEB-EBSD effectuées, la déformation plastique de la matrice ferritique apparaît relativement hétérogène, comme le montrent le développement des désorientations intragranulaires au cours du cisaillement simple (cf. Figure 90 et Figure 91) d'une part, et des traces de glissement liées à la texture cristallographique locale en flexion in-situ d'autre part. Pour autant, bien qu'aient été décelées, grâce à la flexion in-situ, des bandes de déformation localisée initiées par la rupture de particules TiB₂, il n'apparaît pas de corrélation directe systématique entre la présence des particules et les hétérogénéités de déformation dans la matrice, ce qui peut contribuer à la relative bonne ductilité des composites. De plus, grâce aux essais de cisaillement menés jusqu'à de grandes amplitudes de déformations plastiques, il apparaît que même lorsqu'une part significative des particules est endommagée, les fissures ne se propagent pas dans la matrice, et ne produisent donc qu'un endommagement global limité, ce qui permet d'envisager des possibilités de mise en forme à froid pour ces composites.

Aussi bien en sollicitation de cisaillement qu'en sollicitation de flexion le mode d'endommagement prépondérant du composite est la rupture, principalement transgranulaire, de particules TiB₂ mono ou polycristallines en mode d'ouverture. La quasi absence de phénomènes de décohésion est cohérente avec la très bonne tenue de l'interface matrice/particules, confirmant ainsi à une échelle plus globale les analyses MET récentes (Cha, Lartigue-Korinek et al. 2012). L'endommagement des particules est sensible.

- à la taille des particules (les grosses cassent plus facilement que les petites)
- à la taille de grains de la matrice (endommagement plus important en cisaillement dans le composite à petits grains)
- au changement de trajet de chargement (endommagement plus prononcé en cisaillement monotone qu'inversé pour la même déformation équivalente cumulée).
- à l'orientation du chargement par rapport aux orientations préférentielles des particules (endommagement plus important en cisaillement DT comparé à DL).

L'orientation des fissures semble davantage conditionnée par le champ mécanique (direction de traction maximale) que par l'orientation cristallographique des particules. Le plan de fissuration est statistiquement éloigné d'un plan basal ou prismatique.

L'ensemble des résultats de ce chapitre sont utiles pour la modélisation du comportement à l'aide de modèles d'endommagement.

Chapitre VI.

Complément numérique de l'étude de l'endommagement des composites

Introduction

L'analyse expérimentale de l'endommagement qui a été menée sur les deux nuances de composites C et A a permis d'établir les caractéristiques de l'état des renforts TiB_2 à différents stades de déformation du composite, mais ne donne pas d'information sur les états de contrainte dans les phases du matériau, élément pourtant essentiel dans la compréhension des mécanismes d'endommagement de ces matériaux. En particulier, bien que les lois de mélange standard stipulent que les contraintes supportées par les particules à ces différents stades de déformation sont plus élevées que dans le composite, du moins tant qu'elles ne sont pas endommagées, aucun renseignement n'est disponible sur leurs niveaux.

Le présent chapitre constitue donc un effort pour renseigner ces informations essentielles en faisant appel à quelques simulations numériques à l'aide d'une modélisation aujourd'hui classique construite sur une méthode d'homogénéisation du comportement de matériaux hétérogènes (multiphasés) à comportement non linéaire, en l'occurrence élasto-plastique endommageable.

Les principes de la modélisation utilisée sont d'abord présentés en renvoyant à la littérature qui la fonde. Son application aux matériaux de l'étude selon une démarche dont l'objectif est délibérément limité à la détermination des hétérogénéités de contraintes (et déformations)

moyennes de phase à phase et au dommage associé est ensuite détaillée. On montre, qu'en utilisant conjointement ces informations numériquement estimées avec les résultats expérimentaux rassemblés par ailleurs, on peut obtenir une loi d'endommagement de ces types de composites qui porte une capacité prédictive pour d'autres nuances de matrices ferritiques (tailles de grains différentes notamment) et pour des taux de renforts quelconques, ce à quoi les seules données expérimentales ne permettent pas d'aboutir.

VI.1. Présentation du modèle

Le modèle utilisé ici, précédemment appliqué à l'étude de l'endommagement dans des alliages d'aluminium à faibles taux de renforts (Franciosi et al. 2004), se base sur un schéma d'homogénéisation classique pour matériaux à comportement non linéaire utilisant une formulation incrémentale de type affine (Masson et al. 2000, Franciosi and Berbenni 2007). Cette procédure fait pas à pas référence, pour chaque phase à comportement non linéaire comme pour le comportement effectif de leur assemblage, à un milieu affine de comparaison. Un milieu de comportement de type affine est un milieu de type thermoélastique, c'est-à-dire élastique avec déformations libres de contraintes. Le principe de l'homogénéisation, ici mis en œuvre dans le cadre d'un schéma auto-cohérent en formulation affine est présenté en annexe (extraite d'un rapport du projet européen VIRFORM D3 rédigé en anglais)

S'agissant dans ce travail d'un matériau à structure de type matrice renforcée d'inclusions, le modèle retenu est le modèle de Ponte-Castaneda et Willis (Ponte-Castaneda and Willis 1995) qui étend le modèle de Hashin-Strickman à l'ordre 2 des fonctions de corrélation spatiale des phases et permet ainsi de prendre en compte une éventuelle anisotropie de répartition spatiale des inclusions dans la matrice.

Le code construit sur ces bases permet de décrire pour une matrice élasto-plastique et des particules élastiques endommageables, l'évolution des états moyens de contraintes et de déformations dans les différentes phases.

La prise en compte de l'endommagement des particules d'un type donné s'appuie sur une simulation de transition (irréversible) de phase entre 2 états élastiques de ces particules lorsque le niveau de contrainte intérieur aux particules saines atteint un seuil critique. L'endommagement d'une particule se traduit par l'effondrement (mise à zéro) instantané des modules de rigidité relatifs à l'orientation de la ou des fracture(s), fixée par l'orientation des contraintes principales, effondrement accompagné de la diminution des autres modules à mesure que le dommage s'accroît, c'est-à-dire qu'une cavité se développe dans les inclusions cassées (figure 138).

L'accroissement du dommage est donc représenté par l'accroissement du volume des inclusions cassées dû à l'extrême souplesse dans la ou les directions de haute contrainte sur le matériau. Cet accroissement de volume qui provient du volume de vide créé dans les particules, exprime donc aussi le dommage par un taux de vide, cavités ou porosité.

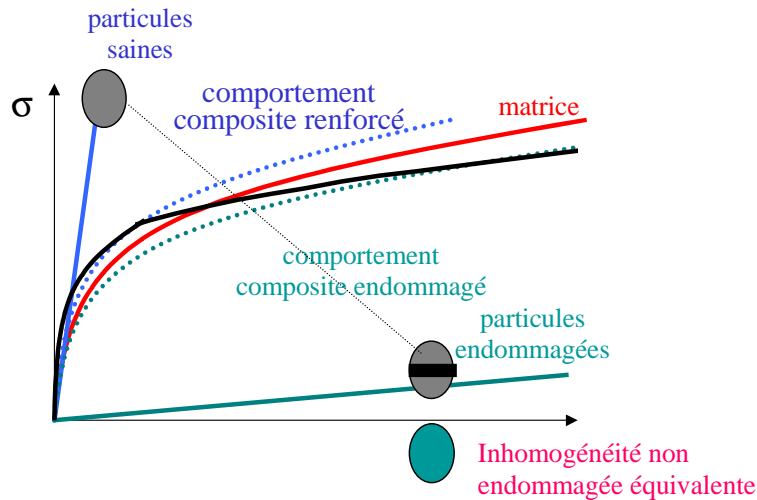


Figure 139. Illustration de principe de la réponse globale contrainte-déformation du composite (trait continu noir) à partir de la courbe d'écrouissage de la matrice (trait continu rouge) et de l'élasticité des particules saines (trait continu bleu) et endommagées (trait continu vert). La courbe du composite se situe entre les cas extrêmes (traits discontinus) de particules toutes saines ou toutes endommagées

La progression de l'endommagement est régie par une loi de type Weibull, précisée par la suite, dont les paramètres sont à fixer par les données expérimentales.

La courbe contrainte-déformation du composite, calculée par le code, doit donc se trouver à l'intérieur d'un domaine borné par les courbes du comportement à 0% et 100% d'endommagement estimé par le modèle (cf. fig. 138).

Selon la procédure numérique mise en place, l'estimation de l'endommagement se fait itérativement à chaque état de sollicitation à partir du matériau sain. A la première itération, la fraction volumique de particules cassées est celle hors-charge qui prend en compte l'endommagement initial éventuel. A partir de la seconde itération, elle est celle pilotée par l'état de contrainte atteint et on itère jusqu'à stationnarité.

Une particule est supposée pouvoir s'endommager de deux façons principales: rupture selon un ou plusieurs plans orthogonaux ou décohésion de l'interface avec la matrice. La rupture de la particule peut être raisonnablement supposée dépendre de l'état de contrainte dans la particule. Le critère de décohésion est en revanche plus complexe à formuler puisqu'il implique plutôt des différences (en contraintes ou en déformations) entre les phases contigües.

Dans le cas présent, le mode d'endommagement est largement de type intra-particulaire et seul ce mode d'endommagement est retenu.

Le principe de l'évolution de l'endommagement dans la modélisation est donc le suivant: la fraction volumique de particules endommagées croît à mesure que la contrainte dans les particules saines augmente, selon la loi d'endommagement retenue (qu'il faut définir, c'est-à-dire dont il faut définir les paramètres, le type Weibull étant retenu a priori). A une population de type donné de particules

saines décrites par une particule unique de fraction volumique correspondante, on associe une particule endommagée, représentative d'une population endommagée du même type. A mesure que la fraction volumique de particules endommagées croît en fonction de la contrainte équivalente dans la particule saine de référence, la fraction volumique de particules saines correspondantes décroît d'autant. Le fait que toutes les particules ne rompent pas en même temps est décrit par la dispersion de seuil de rupture dans la loi d'endommagement.

La loi de Weibul utilisée dans le modèle est exprimée en fonction de la contrainte équivalente dans les particules saines. En revanche la nature du dommage subi par les particules lorsque le seuil de rupture est atteint dépend des valeurs relatives des contraintes principales, avec 3 situations prises en compte : soit l'une des 3 contraintes principales est positive et largement supérieure aux deux autres, soit deux sont positives et largement supérieures à la troisième, soit les 3 sont positives et de même niveau. Dans ces 3 cas, la rupture sera respectivement monodirectionnelle, bidirectionnelle et tridirectionnelle, selon la direction où les directions principales de plus grande(s) contrainte(s).

En sollicitation uniaxiale de type traction et pour des matériaux faiblement anisotropes, cas le plus simple auquel on se limite ici, la situation est la plupart du temps d'une rupture monodirectionnelle, selon la direction de traction elle-même, le trièdre des contraintes principales restant confondu au repère de chargement.

Le code permet donc de connaître pas à pas les contraintes (et déformations) moyennes dans les différentes phases (matrice élastoplastique et particules élasto-fragiles) en relation à l'état de contrainte-déformation macroscopique dans le composite, tout en permettant de suivre simultanément l'évolution de l'endommagement et ainsi de dégager des informations sur notamment les contraintes de rupture des phases particulières présentes dans la matrice.

VI.2. Démarche adoptée pour l'application du modèle

L'objectif principal des simulations réalisées dans cette partie est d'examiner, à partir des caractéristiques de chaque phase (la matrice ferritique d'une part et les particules de TiB_2 d'autre part), les caractéristiques des phases assemblées en cohérence avec le comportement observé du composite, en comparant d'une part l'effet de l'écrouissage de la matrice (différant selon la taille de grains), et en estimant d'autre part la loi d'endommagement des particules TiB_2 (établissement de la relation taille de particules-contrainte de rupture).

Il s'agit donc, à partir de la loi de comportement (élasto-plastique) de la matrice de référence pour le composite considéré et celle (élastique-endommageable) des particules de renfort de concentration connue, de simuler le comportement du composite, en situations

- i) non endommagé.
- ii) diversement endommagé de manière fixe (taux constant de dommage).

iii) graduellement endommagé (après la détermination d'une loi d'endommagement).

Données disponibles

Le modèle est appliqué aux nuances A (composite de matrice à petits (« small ») grains, noté S ici) et C (composite de matrice à gros (« large ») grains, noté L ici) du composite, sur lesquelles ont été effectuées les mesures expérimentales d'endommagement (cf. § V.1.3.1.2). On dispose donc :

- ✗ de la fraction volumique de particules, considérée égale pour les deux nuances à 11%
- ✗ des courbes d'écroutissage déformation plastique équivalente E-contrainte équivalente Σ (Figure 140) issues des essais de cisaillement simple monotone.

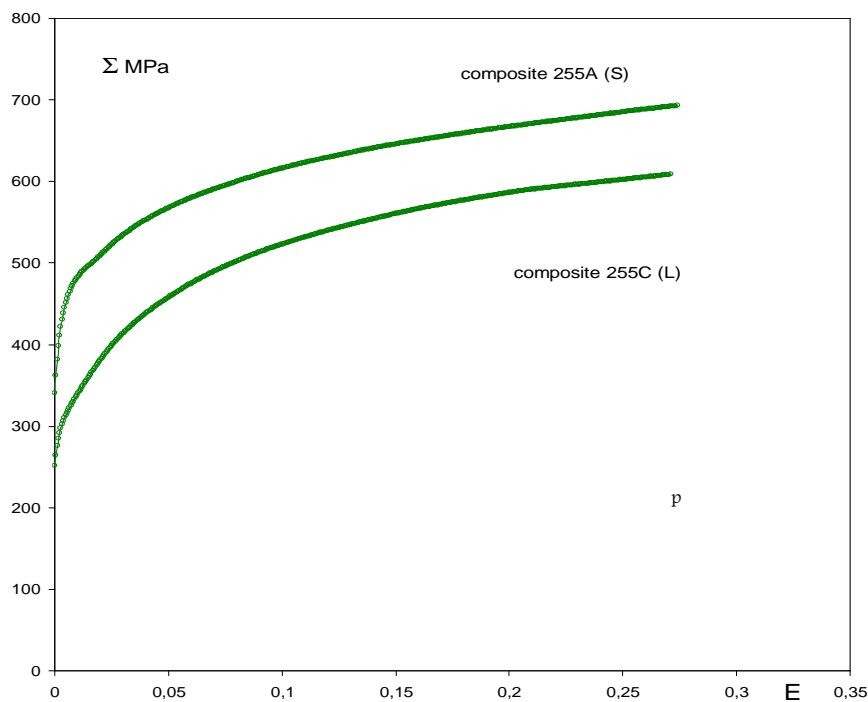


Figure 141 : Courbes d'écroutissage expérimentales $\Sigma = f(E)$ des composites A et C.

- ✗ trois estimations de la fraction volumique de particules cassées à trois étapes de déformation (cf. Tableau 20 et Tableau 21). Ayant l'information expérimentale sur les surfaces de particules concernées par les meures d'endommagement, les taux de dommage donnés en fraction numérique au chapitre précédent (cf. V.1.3.1.2) ont été convertis en fraction surfacique de particules endommagées. Dans un matériau statistiquement homogène, les concentrations de phase se mesurent de manière équivalente à 1D, 2D ou 3D. Cette hypothèse est utilisée ici pour utiliser les valeurs de fractions surfaciques en fractions volumiques. Ces fractions sont également discriminées par groupes de tailles des particules. L'endommagement initial est négligé.

Tableau 20 : données expérimentales d'endommagement du composite C pour différents états déformés

Déformation équivalente E	f_v particules cassées (%)	f_v particules saines (%)
0	0	0,11
3%	0,02	0,09
10%	0,037	0,073
27%	0,05	0,06

Tableau 21 : données expérimentales d'endommagement du composite A pour différents états déformés

Déformation E	f_v particules cassées (%)	f_v particules saines (%)
0	0	0,11
3%	0,03	0,08
10%	0,033	0,077
27%	0,06	0,05

Pour les phases constitutives individuelles on considère :

- ✘ La courbe déformation équivalente–contrainte équivalente de la matrice de référence (F1) supposée représentative de la matrice du composite C.
- ✘ Les particules TiB_2 sont isotropes transverse d'axe de symétrie principalement orienté selon l'axe long des particules de rapport d'aspect moyen égal à 2. Elles sont néanmoins considérées comme isotropes élastiquement comme morphologiquement. Un tenseur d'élasticité pour les particules non endommagées a été pris de la littérature sous la forme isotrope (tableau 22).

Tableau 22 : Tenseur d'élasticité isotrope des particules TiB₂

GPa	TiB ₂ *	C11	C12	C13	C44	C55	C66
	C11	690	410	410	0	0	0
	C12	410	690	410	0	0	0
	C13	410	410	690	0	0	0
	C44	0	0	0	280	0	0
	C55	0	0	0	0	280	0
	C66	0	0	0	0	0	280

L'écroissage de la matrice est supposé obéir à une loi de type « Voce » avec exposant, le module d'écroissage H s'écrivant :

$$\frac{d\Sigma_{equiv}}{dE_{equiv}} = H = H_0 \left(\frac{\Sigma_s - \Sigma_{equiv}}{\Sigma_s - \Sigma_0} \right)^N, \Sigma_{equiv} \geq \Sigma_0 \quad (14)$$

La forme intégrée de l'équation est donnée par l'annexe3.a.Elle s'écrit simplement :

$$E_{equiv} = \frac{1}{N-1} \frac{\Sigma_s - \Sigma_0}{H_0} \left(\left(\frac{\Sigma_s - \Sigma_0}{\Sigma_s - \Sigma_{equiv}} \right)^{N-1} - 1 \right) \quad (15)$$

Cette loi nécessite donc l'identification de 4 paramètres :la limite élastique Σ_0 , la contrainte de saturation Σ_s , le module initial d'écroissage H_0 et l'exposant N pour l'évolution du module. Les paramètres identifiés sur la courbe contrainte équivalente-déformation équivalente du matériau F1 sont données dans le Tableau 23.

Tableau 23 : paramètres de la loi de voce-puissance identifiées pour l'acier F1

H ₀	N	Σ_s	Σ_0
4800	5	880	230

VI.3. Résultats préliminaires de simulation

Un premier test a consisté à simuler le cas d'un composite sans particules (en prenant la fraction volumique de particules de 10^{-10}), dont la courbe d'écroissage (« code fit ») doit coïncider (à l'écart de déformation élastique près) avec celle de la loi d'écroissage de Voce (« direct fit ») utilisée pour la matrice. La Figure 142 montre que ce calage initial est quasiment parfait largement au-delà du domaine de déformation concrètement concerné par la suite ($E < 30\%$). La montre également la contrainte équivalente dans une particule isotrope saine (déformation purement élastique et donc négligeable dans le composite en état plastique) ou axialement endommagée. Pour cette dernière, on constate que l'effet des contraintes transverses maintient une contrainte équivalente substantielle bien que la contrainte axiale soit nulle, et on note également l'importance

de la déformation « pseudo-élastique » associée qui provient de l'accroissement de volume de l'inclusion cassée associé à un fort allongement responsable de cette déformation. La décroissance de la contrainte équivalente dans la particule endommagée provient de l'affaiblissement des contraintes transverses à mesure que les modules transverses de rigidité s'affaiblissent avec la progression du dommage (l'augmentation de la cavité dans le sens axial).

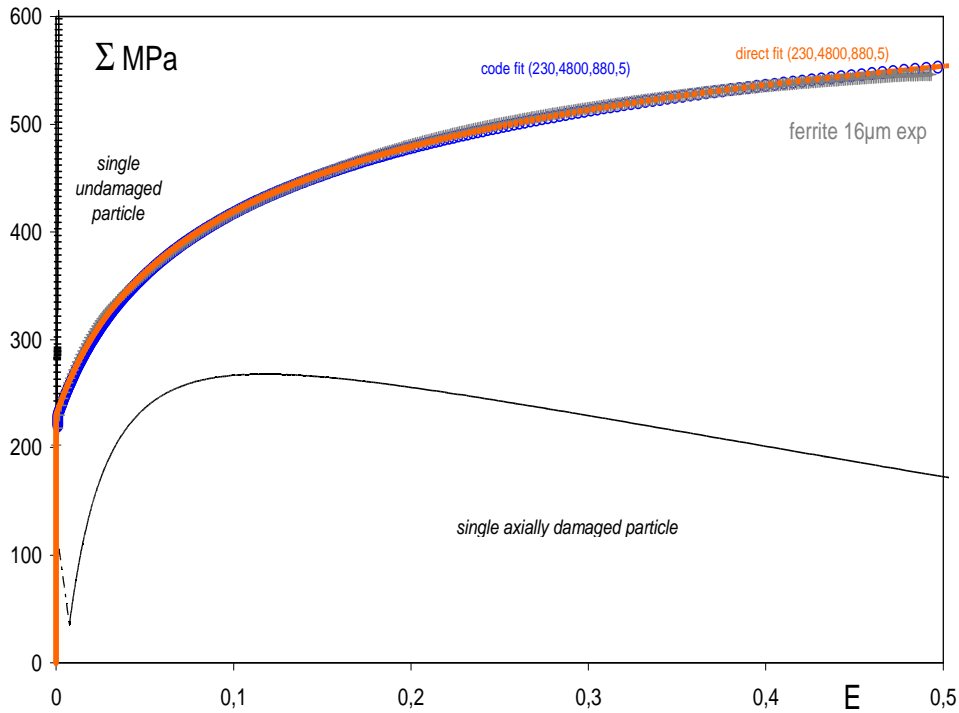


Figure 143. Comparaison de la courbes contrainte –déformation expérimentale de la ferrite F1 avec celle simulée par le code « code fit » et identifiée par la loi de voce (direct fit). Comparaison avec les états de contrainte–déformation dans une particule saine et dans une particule s'endommageant progressivement.

La Figure 144 montre les courbes obtenues pour le composite basé sur cette matrice en ajoutant 11% (de manière homogène et isotrope) de particules isotropes, soit toutes saines (undamaged 11% composite L) soit toutes axialement endommagées (fully damaged 11% composite L). Ces deux courbes simulant les cas extrêmes, la courbe expérimentale du composite considéré devrait se situer entre les deux. On constate que, la courbe expérimentale du composite L est en dehors–au-dessus de l'intervalle estimé par le code, donc au-dessus du composite non endommagé estimé.

Différentes causes peuvent être à l'origine de ce désaccord, soit liées aux hypothèses du modèle (prise en compte simpliste de la forme et la distribution des particules, écrouissage isotrope de la matrice) ou au matériau (différences de comportement mécanique entre la matrice des composites et le matériau F1, notamment liées à leur traitement thermomécanique d'élaboration (cf. §II.1.1.2 et § II.1). La détermination de ces causes soit en faisant varier les paramètres (d'anisotropie notamment) dans le modèle soit par modification du modèle aurait nécessité des

approfondissements qui sortent du cadre du présent travail et de son objectif principal. Une autre démarche adonc été choisie.

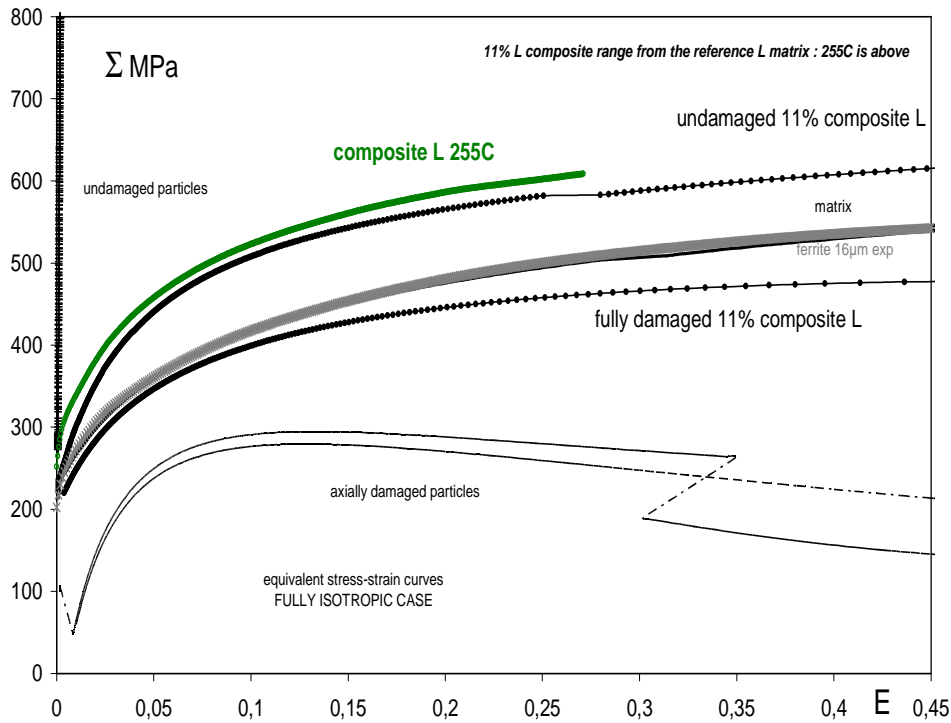


Figure 145 : Courbes contraintes-déformation du composite L calculées pour 0 et 100% d'endommagement. A noter que la courbe expérimentale se trouve en dehors au dessus de cet intervalle. Le décrochement sur la contrainte équivalente d'une particule endommagée de référence pour le composite non endommagée est un artefact sans incidence du code.

En l'absence de données expérimentales complémentaires sur le comportement de la matrice, notamment l'effet de la taille de grains sur l'écrouissage de la matrice, impliquant des hypothèses sur l'écrouissage de la matrice du composite A, une alternative d'ajustement phénoménologique par méthode inverse de la courbe d'écrouissage de la matrice relative à chacun des deux composites a été privilégiée.

VI.4. Ajustement de la loi de comportement de la matrice des composites

VI.4.1. Protocole

Pour chacun des composites A et C les lois de comportement des matrices ferritiques constitutives ont été identifiées par méthode inverse à partir des informations sur les composites correspondants de manière à restituer les comportements effectifs disponibles à l'état initial et aux états déformés correspondant à une déformation équivalente $\epsilon=3\%$, 10 et 27% : valeurs de contraintes équivalentes du composite et fraction volumique de particules endommagées (et Tableau 21).

L'endommagement initial a été négligé ici, les estimations expérimentales faites étant inférieures au pourcent, en fraction volumique.

L'identification porte sur les 4 paramètres de la loi d'érouissage, elle a été effectuée « manuellement » par essai/erreur, en ajustant d'abord les deux cas extrêmes ($E=0\%$ et $E=27\%$), puis les deux cas intermédiaires ($E=3$ et 10%). Pour le comportement élastique de la matrice, un tenseur d'élasticité du fer sous forme isotrope a été pris de la littérature et présenté dans le Tableau 24.

Tableau 24 : Tenseur d'élasticité du Fer isotrope

Fe	C11	C12	C13	C44	C55	C66	GPa
C11	275	112,4	112,4	0	0	0	
C12	112,4	275	112,4	0	0	0	
C13	112,4	112,4	275	0	0	0	
C44	0	0	0	280	0	0	
C55	0	0	0	0	280	0	
C66	0	0	0	0	0	280	

VI.4.2. Résultats

VI.4.2.1. Cas du composite L

Le Tableau 25 récapitule les paramètres de la loi de comportement plastique de type voce avec exposant identifiés dans le cas de la matrice L ajustée.

Tableau 26 : paramètres de la loi de voce avec exposant, identifiés dans le cas de la matrice L

H_0	N	Σ_0	Σ_s
5750	5	260	1030

Les contraintes équivalentes du composite C expérimentales et estimées par le code sont données par le Tableau 26. Les contraintes estimées ne sont définies au mieux qu'à 5 MPa près, l'ajustement paraît toutefois satisfaisant.

Tableau 27 : Récapitulatif des contraintes équivalentes expérimentales et calculées pour le composite C

Taux particules cassées (%)	Σ_{exp} (MPa)	$\Sigma_{estimé}$ (MPa)
$\Sigma=0\%$	250-270	265
$\Sigma=3\%$	415	420
$\Sigma=10\%$	525	533
$\Sigma=27\%$	610	605

La Figure146 montre la loi de comportement de la matrice L ajustée et l'intervalle correspondant pour l'endommagement du composite L. Les deux cas limites d'endommagement sont également reportés, chacun restituant une courbe matrice et une courbe pour les particules saines et les

particules cassées. La courbe expérimentale du composite C est bien à l'intérieur de l'intervalle calculé et coïncide initialement à la limite supérieure de l'intervalle (avec 0% de dommage).

Il est à noter que, pour une contrainte/déformation équivalente donnée, les courbes matrices correspondant aux limites de l'intervalle se superposent tandis que celles des particules ne se superposent pas puisque pour les 2 courbes relatives aux particules endommagées, l'une correspond à la contrainte dans une particule endommagée en présence de 11% de particules saines et l'autre la contrainte pour 11% de particules endommagées. Comme déjà souligné dans la légende de la figure 142, le décrochement visible sur la courbe qui correspond au comportement d'une particule endommagée dans le cas où leur fraction volumique est nulle, constitue un artefact systématiquement constaté, dont la cause n'est pas identifiée, mais sans incidence attendue ni théoriquement ni concrètement sur les comportements principaux calculés.

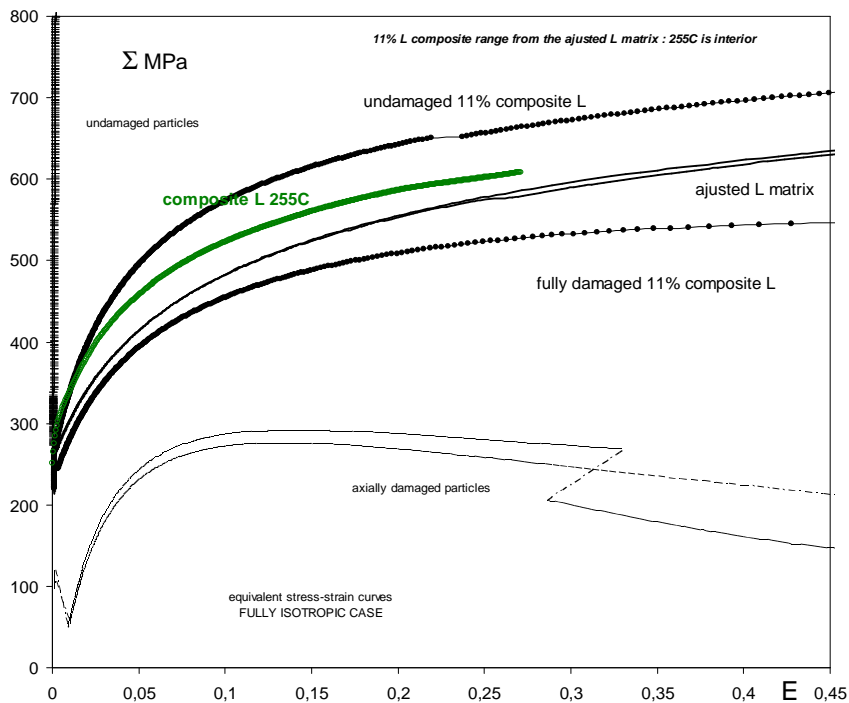


Figure 147 : Courbes contraintes –déformations équivalentes de la matrice ajustée ainsi que celles des deux cas limites d'endommagement (0 et 100% de dommage). A noter que la courbe expérimentale du composite C est bien à l'intérieur de cet intervalle

Afin de vérifier la conformité de la matrice L ajustée, le calage à 27% de déformation entre la courbe expérimentale du composite C et la courbe numérique calculée avec un taux de dommage fixe de 5%, est représenté par la Figure 148. Un bon accord entre les deux courbes est alors observé pour la déformation considérée. Pour les déformations inférieures, la courbe calculée est bien en dessous de la courbe expérimentale (Figure 149) ce qui est attendu pour ces gammes de déformations, étant donné que le taux de dommage expérimental est inférieur aux 5% fixés pour cette simulation. La Figure 150 montre en plus les deux calages intermédiaires à 3% et 10% de

déformation correspondant à un dommage de 2% et 3,7% respectivement. Ce calage s'avère suffisant pour la validité de la matrice L ajustée.

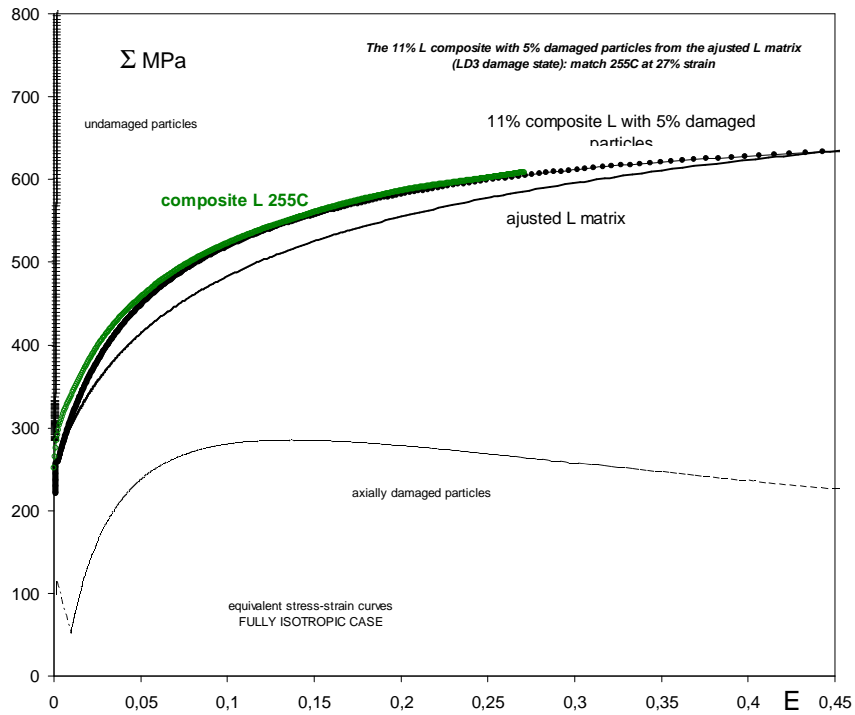


Figure 151 : Comparaison entre la courbe contrainte déformation expérimentale du composite C et celle calculée pour le calage à 27% de déformation équivalente

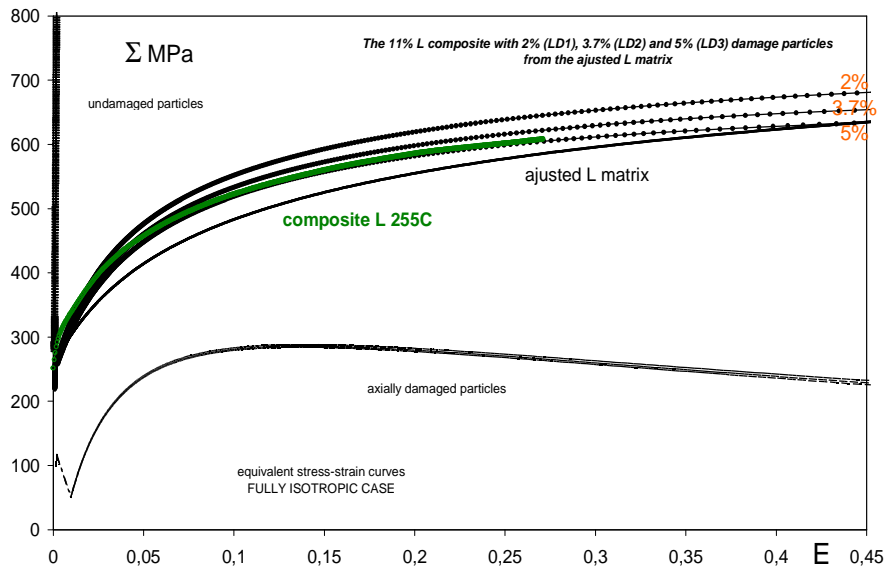


Figure 152 : Comparaison entre la courbe contrainte-déformation équivalentes expérimentale du composite C et celles calculée pour le calage à 3% et 10% de déformation équivalente

VI.4.2.2. Cas du composite S

Pour ce composite, pour lequel on ne dispose pas de matrice expérimentale de référence, la même procédure d'ajustement d'une matrice convenable peut être appliquée. Deux sortes de difficultés ont toutefois été rencontrées :

- ✖ Les données d'endommagement rassemblées dans le Tableau 21 sont plus délicates à rendre cohérentes, les deux cas intermédiaires (3% et 10%) de déformation ne donnant qu'un faible écart d'endommagement (respectivement 3% et 3.3% de particules cassées sur les 11%).
- ✖ La forme initiale de la courbe expérimentale d'écrouissage du composite A, notamment la variation rapide du taux d'écrouissage dans les premiers pourcents de déformation et la « bosse » présente rend sa représentation analytique plus difficile. La loi de Voce-puissance n'a pas été remise en cause pour une autre (une loi simple pour ce type de forme n'étant pas disponible) a conduit à devoir lisser la bosse et donc de faire un choix de compromis sur ce premier domaine de courbe.

L'ajustement optimal réalisé a conduit à surestimer la valeur de limite élastique. Les valeurs des 4 paramètres utilisés dans la loi de voce avec exposant sont données par le Tableau 27.

Tableau 28 : paramètres de la loi de voce avec exposant, identifiés dans le cas de la matrice S

H_0	N	Σ_0	Σ_s
4290	5	420	1120

Le Tableau 28 récapitule les contraintes équivalentes du composite A expérimentales et estimées par le code. Les contraintes axiale, transverse et équivalente pour le composite L ou/et S et les 3 phases constitutives (Matrices, Particules saines et cassées) sont récapitulés dans deux tableaux donnés en annexe3.b.

Tableau 29 : Récapitulatif des contraintes équivalentes expérimentales et calculées pour le composite A

	Taux particules cassées (%)	Σ_{exp} (MPa)	$\Sigma_{\text{estimé}}$ (MPa)
$\Sigma=0\%$	0%	360-430	:
$\Sigma=3\%$	3%	535	535
$\Sigma=10\%$	3,3%	615	645
$\Sigma=27\%$	6%	695	688

La Figure 153 montre la loi de comportement de la matrice S ajustée ainsi que l'intervalle de l'endommagement du composite S correspondant aux deux cas limite (0% et 100% d'endommagement). Comme pour le cas du composite C, chaque limite de l'intervalle restitue une courbe matrice et une courbe pour les particules saines et les particules cassées. Les courbes matrices se superposent dans la gamme de déformation considérée par cette simulation ($\Sigma_{\text{max}}=27\%$), alors que celles des particules sont différentes. On retrouve également le même type d'artefact observé précédemment (cf. **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**) sur la contrainte dans une particule endommagée en présence de 11% de particules saines (décrochement artefact sans incidence). L'ajustement de la matrice S est tout de même satisfaisant, la courbe expérimentale du composite A étant bien intérieure à l'intervalle (0%-100%) de dommage et coïncide bien initialement à la limite supérieure de l'intervalle calculé, dans la limite de l'approximation qui consiste à ignorer la bosse de la courbe.

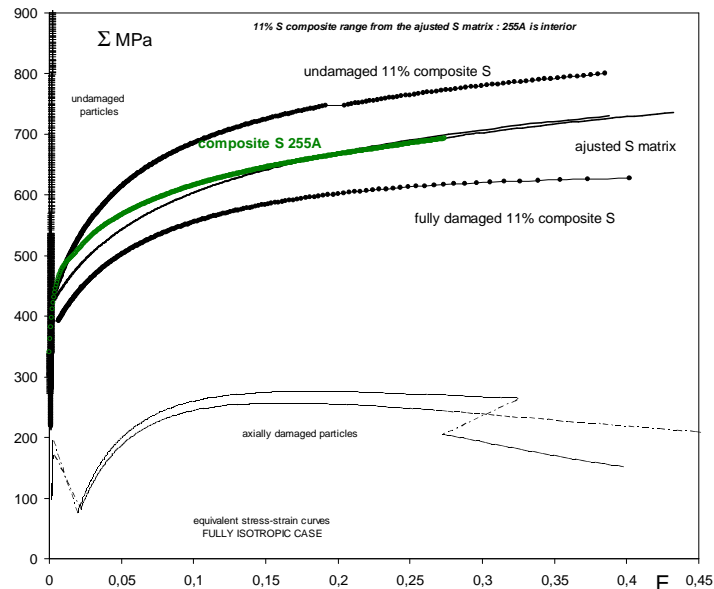


Figure 154 : Courbes contraintes –déformations équivalentes de la matrice ajustée ainsi que celles des deux cas limites d'endommagement (0 et 100% de dommage). A noter que la courbe expérimentale du composite A est bien à l'intérieur de cet intervalle

La Figure 155 montre le calage à 27% de déformation entre la courbe expérimentale du composite A et celle estimée par le code pour un taux de dommage fixe de 6%. Comme pour le cas du composite L, on vérifie que la courbe estimée est bien au-dessous de la courbe expérimentale pour les déformations inférieures à 27% puisque le dommage du composite A est tout au long de ce domaine de moins des 6% fixés dans la simulation (cf. Tableau 21). Il est cependant à noter que, en se basant sur la matrice S ajustée, le dommage à 27% de déformation amène la courbe du composite S au niveau de la matrice ajustée et que la prolongation au-delà de 27% de cette courbe (à 6% constant de dommage) est au-dessous de la courbe pour la matrice, ce qui n'était pas le cas pour le composite L.

Les deux calages intermédiaires (à 3% et 10% de déformation) montrés sur la Figure 156 sont moins précis que pour le cas L, notamment du fait de la forme de la courbe « bossée » du composite S et des faibles écarts d'endommagement estimés. Ce calage reste toutefois suffisant pour l'analyse ultérieure visée.

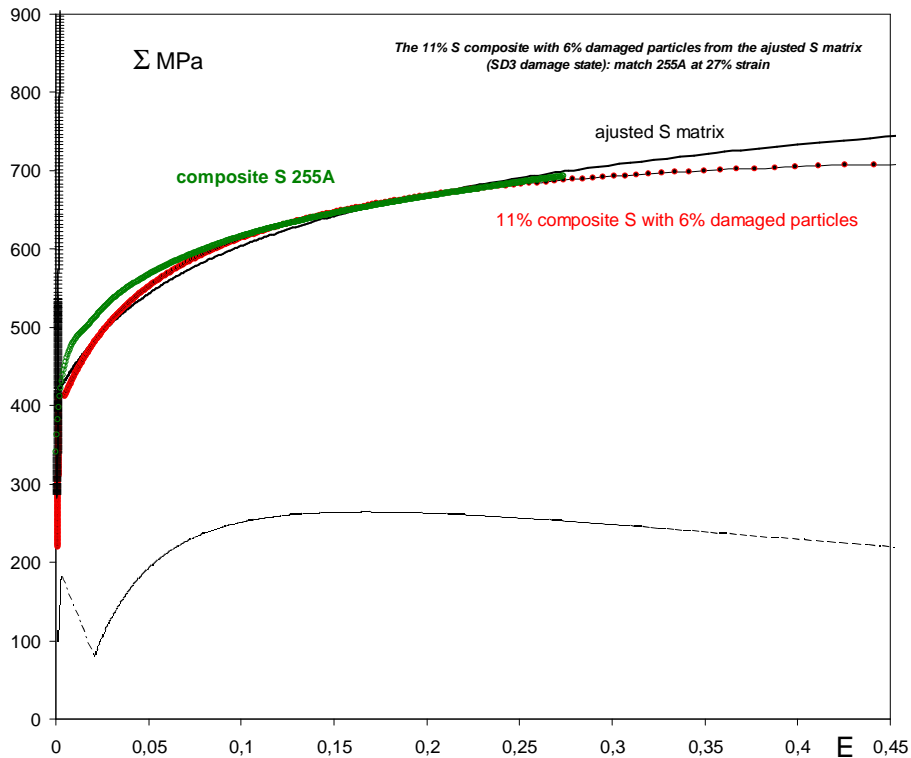


Figure 157 : Comparaison entre la courbe contrainte déformation expérimentale du composite A et celle calculée pour le calage à 27% de déformation équivalente

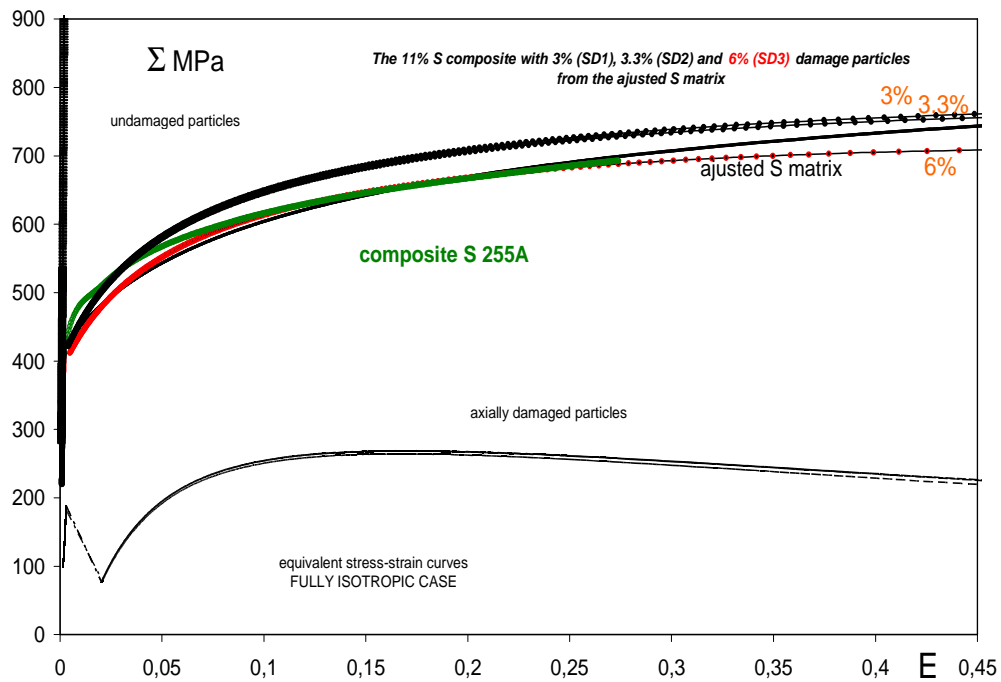


Figure 158 : Comparaison entre la courbe contrainte-déformation équivalentes expérimentale du composite A et celles calculée pour le calage à 3% et 10% de déformation équivalente

VI.4.2.3. Comparaison matrice expérimentale-matrices ajustées

La Figure 159 rassemble les 3 courbes de comportement des matrices, celle de la matrice expérimentale de référence et celles ajustées pour chacun des 2 composites examinés. Pour les 3 matrices, le calage entre la courbe directement obtenue à partir de la loi de Voce-puissance (équation 15) et celle issue du code (lorsque le taux de renforts est mis infinitésimal), est très bon.

En comparant les paramètres de définition des 3 courbes, on note que les différences sont à la fois dans le module d'écrouissage et dans les 2 contraintes caractéristiques, seuil et de saturation, l'exposant restant identique et très supérieur à la valeur unité de la loi de Voce.

Pour le composite L, le module d'écrouissage retenu est proche de 20% supérieur à celui de la matrice de référence, pour une limite élastique de 13% supérieure et une contrainte de saturation de 17% plus élevée. La courbe semble globalement translatée en contraintes.

Pour le composite S, il n'y a pas de comparaison permise avec une matrice de référence, on peut seulement noter que dans ce cas ce n'est pas une translation en contrainte de la matrice L puisque si la limite élastique est plus élevée de 60%, le module d'écrouissage est plus faible de 25%, et il en résulte une contrainte de saturation d'à peine 9% plus élevée pour la matrice S que pour la matrice L.

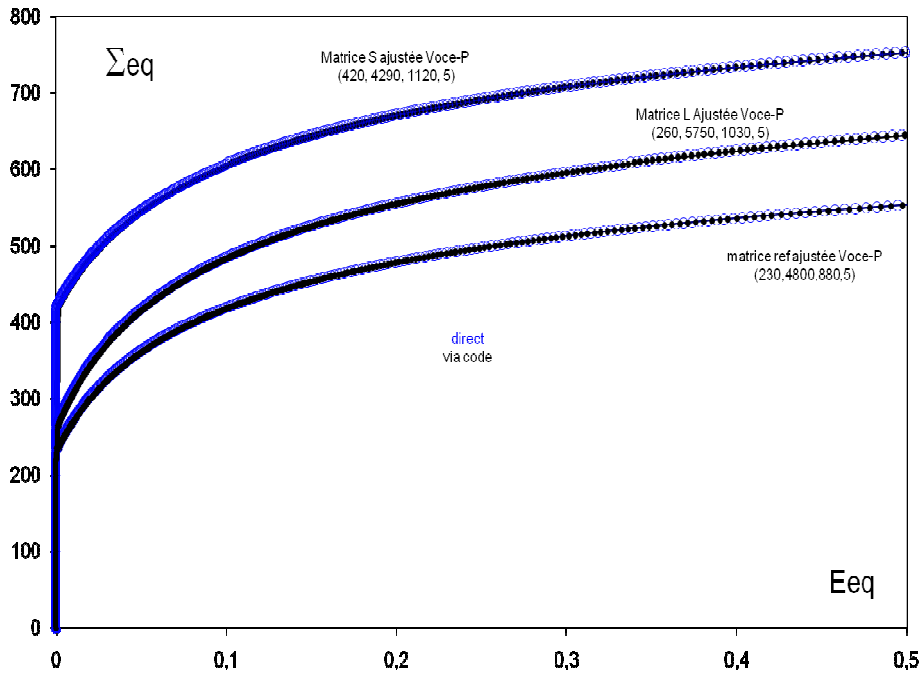


Figure 160 : Comparaison de la courbe de matrice expérimentale de l'acier F1 (« matrice réf ») à celle ajustée pour le cas L et S.

VI.4.3. Conclusion

La courbe d'écrouissage expérimentale de l'acier F1, a priori représentatif de la matrice du composite C, ne peut pas être utilisée par le code pour une bonne prédiction de la courbe de composite tenant compte de la progression de l'endommagement (pour des raisons qui mériteraient des approfondissements, non considérés à ce stade).

En alternative, deux matrices S et L construites numériquement, représentatives du composite A et C respectivement, permettant de restituer la courbe du composite pour les états de déformation étudiés expérimentalement et ayant un écrouissage décrit par une loi de type « voce puissance » ont été déterminées. Celles-ci ont permis d'obtenir des simulations satisfaisantes pour les trois stades d'endommagement expérimentalement examinés en détail, et notamment d'obtenir des estimations des états moyens de contrainte et déformation dans les phases matrice et particules, saine et endommagée. On peut dès lors envisager de corrélérer les estimations numériques de ces contraintes et les estimations expérimentales de fractions volumiques et de taille moyenne des particules. L'objectif suivant consiste alors à identifier les paramètres de Weibull de la loi d'endommagement, et notamment un seuil critique de contrainte de rupture pour les particules, selon leur taille, à partir des données expérimentales disponibles, afin de prédire la courbe du composite avec la prise en compte de la progression de l'endommagement ainsi décrite.

VI.5. Détermination de la loi d'endommagement

VI.5.1. Corrélation contrainte dans les particules –taille de particules

On s'intéresse aux niveaux de contrainte dans les particules saines dont la loi de comportement rapportée sur les figures précédentes est, compte-tenu des échelles et des valeurs des modules élastiques, quasiment confondue avec l'axe des contraintes bien que la simulation numérique permettent de corréler chaque état contrainte-déformation du composite, avec les états correspondants des phases constitutives.

Selon le critère d'endommagement retenu, l'accroissement de contrainte dans les particules saines conduit à la rupture graduelle de celles-ci, en commençant par les plus grosses. Il s'agit donc de relier l'état de contrainte dans les particules saines à la fraction endommagée de particules, que l'on cherche en même temps à calibrer en taille, afin d'approcher la loi d'endommagement. Ainsi la relation entre taille de particules et contrainte de rupture, d'une part et entre fraction volumique de particules cassées et contrainte de rupture d'autre part peuvent être établies.

Ce double objectif repose sur les résultats expérimentaux de mesures d'endommagement et requiert d'extraire la taille moyenne des particules (saines, cassées et totales) aux différentes déformations équivalentes considérées (notées D1=3% ; D2=10% et D3=27%) correspondant aux mesures d'endommagement des composites A à matrice petits grains (notée S) et C à matrice gros grains (notée L). Les états de contrainte supportés et calculés ci-dessus par le modèle (et) sont à corréler à chacune des tailles de particules saines estimées à partir des données expérimentales. La surface totale des particules et la part de surface de particules cassées et saines sont évaluées par catégorie de taille de particules. Elles sont distribuées par pas de 5 μm entre 0 et 30 μm . Un exemple de distributions de taille de particules saines pour deux états déformés ($\epsilon=3\%$ et $\epsilon=27\%$) dans le cas du composite C est donné par la Figure 161.

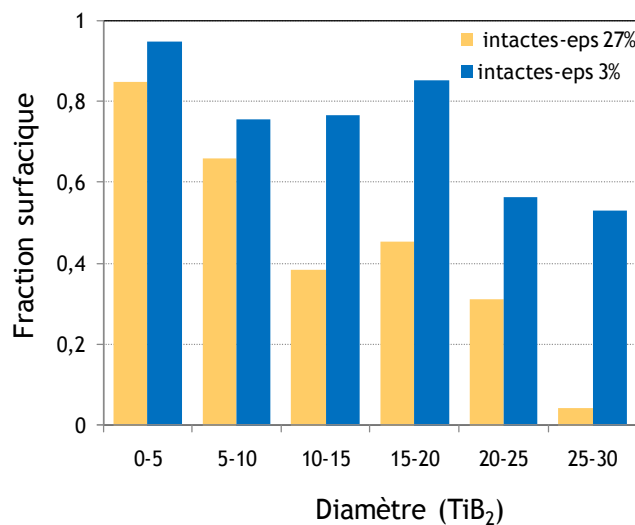


Figure 161 : distributions de taille de particules saines après 3% et 27% de déformation équivalente du composite C.

Ainsi une taille moyenne de particules indifférenciées (dt_i) ou différenciées cassées/saines (dc_i/ds_i) est ensuite déterminée en utilisant les moyennes pondérées selon les relations données par les équations (16-18) :

$$\langle dt \rangle = \frac{\sum_i Ft_i \langle d \rangle_i}{\sum_i Ft_i} \quad (16)$$

$$\langle dc \rangle = \frac{\sum_i Fc_i \langle d \rangle_i}{\sum_i Fc_i} \quad (17)$$

$$\langle ds \rangle = \frac{\sum_i Fs_i \langle d \rangle_i}{\sum_i Fs_i} \quad (18)$$

Dans un matériau statistiquement homogène, les concentrations de phase se mesurent de manière équivalente à 1D, 2D ou 3D. Cette hypothèse est admise ici pour utiliser les fractions surfaciques en fractions volumiques. Des fractions volumiques par catégorie i et totales, pour toutes les particules ensemble (notés Ft_i), et pour les seules particules cassées (notées Fc_i) en dérivent ainsi, les fractions de particules saines (notées Fs_i) s'en déduisant par différences.

Le résultat du traitement des données expérimentales effectué pour les deux composites A et C aux états D1, D2 et D3 sont reportés dans le Tableau 30. Une mesure D0 caractérise la distribution initiale des particules, observée quasiment identique pour les 2 composites L et S. La fraction endommagée initiale est dans les 2 cas estimée négligeable, elle a été vérifiée inférieure au pour cent, en fraction volumique à partir des mesures par tomographie X, pour les deux nuances.

Les différences importantes entre les tailles moyennes de particules d'un échantillon microstructural étudié à l'autre imposent une normalisation des estimations obtenues (par une moyenne des moyennes de taille) pour les taux de particules saines/cassées aux différentes étapes de déformation. Ces tailles moyennes sont rapportées sur le Tableau 31. Le traitement de normalisation est défini par la relation suivante :

$$\langle d_{si} \rangle_{norm} = \langle d_{si} \rangle \frac{\langle\langle dt \rangle\rangle}{\langle dt_i \rangle} \quad (19)$$

Tableau 32 : Détermination, à partir de données expérimentaux, de la taille moyenne de particules saines pour les différents états déformés notés D1, D2 et D3 pour les composites L et S.

μm	D0	LD1	LD2	LD3	SD1	SD2	SD3	$\langle\langle dt \rangle\rangle$
$\langle dt_i \rangle$	8,07	9,83	10,01	11,89	13,63	8,51	11,2	10,45
$\langle ds_i \rangle$		8,41	7,62	7,98	11,9	5,48	6,23	
$\langle ds_i \rangle_{norm}$		8,93	7,95	7,01	9,12	6,74	5,82	

A chaque étape analysée, le taux restant de particules saines ainsi que leur taille moyenne étant estimés, on peut leur associer la contrainte supportée calculée. Cela permet de dire qu'à la déformation correspondante, la fraction de particules cassées est de taille supérieure à la taille moyenne des particules saines restantes. Cette corrélation taille moyenne de particules saines versus contrainte supportée est résumée dans et le pour les composites L et S respectivement, en fonction de la contrainte équivalente qui est la contrainte utilisée par la suite dans le critère d'endommagement (loi de Weibull).

Le report de la contrainte axiale dans ces deux tableaux permet d'apprécier la part due aux contraintes transverses (de compression) sur la contrainte équivalente : dans ce cas complètement isotrope elle est de 20% environ.

Tableau 33 : Corrélation taille de particules saines-contrainte supportée dans le cas du composite L

$d_{\text{moy}}(\mu\text{m})$ de particules saines	Contrainte estimée (Axiale/équivalente)
8,93	747/900
7,95	1000/1210
7,01	1112/1290

Tableau 34 : Corrélation taille de particules saines-contrainte supportée dans le cas du composite S

$d_{\text{moy}}(\mu\text{m})$ de particules saines	Contrainte estimée (Axiale/équivalente)
9,12	826/949
6,74	1067/1190
5,82	1145/1350

Les informations rassemblées dans les deux tableaux précédents sont reportés sur le graphe de la qui correspond ainsi aux caractéristiques de tenue à la rupture des particules TiB_2 en fonction de leur taille telle qu'elle ressort de l'ajustement des simulations avec les données expérimentales disponibles. La similitude des particules dans les 2 nuances L et S permet de considérer que ces corrélations suivent une même courbe. Les deux matériaux suivent donc dans ce cas une même loi de Weibull, à déterminer à partir des 6 points disponibles.

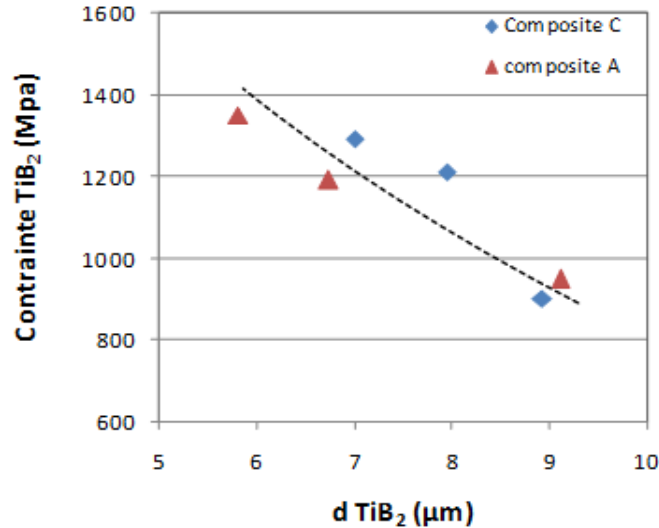


Figure 162 : Contraintes calculées dans les particules saines résiduelles en fonction de leur diamètre moyen.

Le lien entre taille de particules et contraintes dans les particules est communément représenté par une loi de type Weibull, sur le principe que les particules rompent à une contrainte d'autant plus faible qu'elles sont de grande taille. Ceci résulte à la fois d'une probabilité de défaut interne d'autant plus grand que la particule est grosse et d'un transfert de charge de la matrice vers la particule également croissant avec la taille de particules (Nan and Clarke 1996; Maire, Wilkinson et al. 1997; Wilkinson, Maire et al. 1999)

VI.5.2. Détermination des paramètres de la loi de weibull

La loi d'endommagement est établie à l'aide d'une loi de type weibull utilisé par la simulation, qui relie les fractions volumiques de particules cassées à la contrainte dans les particules saines sous la forme :

$$f_c = f_0 \left[1 - \exp^{-k \left(\frac{\sigma_{\text{éq}} - \sigma_0}{\sigma_0} \right)^n} \right] - f_{c0} \quad (20)$$

Avec f_0 la fraction totale susceptible de s'endommager et f_{c0} une fraction éventuellement initialement endommagée, ici négligée. La fraction saine est donc donnée par le terme exponentiel :

$$\frac{f_s}{f_0} = \exp^{-k \left(\frac{\sigma_{\text{éq}} - \sigma_0}{\sigma_0} \right)^n} \quad (21)$$

Il y a donc 3 paramètres à identifier (σ_0 , k , n), qu'il est possible d'estimer à partir des couples disponibles de mesures (f_{si} , Σ_i) indépendantes, l'une expérimentale (f_{si}) l'autre issue des simulations préliminaires (Σ_i). La **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** peut correspondre de manière acceptable à une dispersion autour d'un même graphe dans la mesure où l'on s'attend à une même loi d'endommagement pour les 2 nuances L et S.

La contrainte équivalente dans les particules saines est la variable mécanique qui pilote l'endommagement, lorsqu'une valeur critique σ_0 est atteinte. Toutes les particules ne

s'endommageant pas expérimentalement pour une même déformation macroscopique, cette progressivité de l'endommagement est représentée par les paramètres k et n .

A partir de l'équation (21) et en passant par une formulation $\ln(\ln(1/f_{si}))$, on constate que l'équation (22) correspond à celle d'une droite $y=n.x+b$, de pente n et qui coupe l'axe des ordonnées (qui porte $\ln(\ln(f_0/f_s))$) en $b=\ln(k)$ selon l'expression :

$$\ln\left(\ln\left(\frac{f_0}{f_s}\right)\right) = \ln(k) + n \ln\left(\frac{\sigma - \sigma_0}{\sigma_0}\right) \quad (22)$$

Les données numériques et expérimentales disponibles et relatives à cette courbe doivent donc être mises en alignement, si une loi de Weibull s'applique. Des triplets de paramètres (σ_0, k, n) , pour lesquels les données s'aligneraient, sont ainsi recherchés.

Sur la figure 152 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, la relation (22) appliquée aux données considérées est tracée pour différentes valeurs « raisonnables » de contrainte seuil σ_0 , puisque aucune mesure directe de contrainte dans les particules n'est disponible. Des valeurs seuils raisonnables se déterminent néanmoins à partir des informations fournies par les simulations :

- ✗ **la contrainte critique** σ_0 varie entre 0 et la plus petite valeur selon le graphe de la relation σ/d de la figure 151 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** Cette information n'est cependant pas suffisante puisque cela n'indique qu'un seuil de rupture devant être inférieur à 900 MPa, alors que les données numériques indiquent que le seuil doit être bien inférieur à cette valeur, faute de quoi les composites ne s'endommageraient pas autant qu'observé.
- ✗ **la contrainte critique** doit être la plus grande possible par rapport à la contrainte dans les particules à la limite élastique du composite, pour que le taux de particules se rompant au début soit conforme à l'observation de peu ou pas de dommage initial. En effet, plus le seuil critique choisi est inférieur à la contrainte dans les particules à la limite élastique des composites, plus le taux de particules cassées sera élevé dès cette limite élastique, indépendamment de celles initialement cassées. Ce constat fournit un intéressant ordre de grandeur de la contrainte critique au voisinage de 300 MPa.
- ✗ **la contrainte critique** doit enfin être calée de manière à ce que l'évolution de l'endommagement soit conforme aux données expérimentales, ce qui permet de préciser cette contrainte par ajustements successifs.

Dans un premier temps, le tracé de la courbe $\ln(\ln(f_0/f_s))$ en fonction de $\ln(\sigma - \sigma_0/\sigma_0)$ (**Erreur ! Source du renvoi introuvable.** figure 152) pour plusieurs valeurs de σ_0 entre 0 et 900 MPa (entre 150 et 750 en fait) montre clairement que l'alignement des points disponibles s'améliore d'autant plus que le choix de contrainte critique est bas, et que dans la mesure des incertitudes sur les données, un alignement acceptable apparaît pour les contraintes seuils de l'ordre de 300 MPa et inférieures.

Pour $\sigma_0=300$ MPa, on observe que la pente n est voisine de 2 tandis que le coefficient $\ln(k)$ – intersection avec l'axe des ordonnées – est proche de -3 ce qui correspond à un coefficient k d'environ 0,05 (pour la pente $n=2$, l'intersection avec l'axe des abscisses est 1.5).

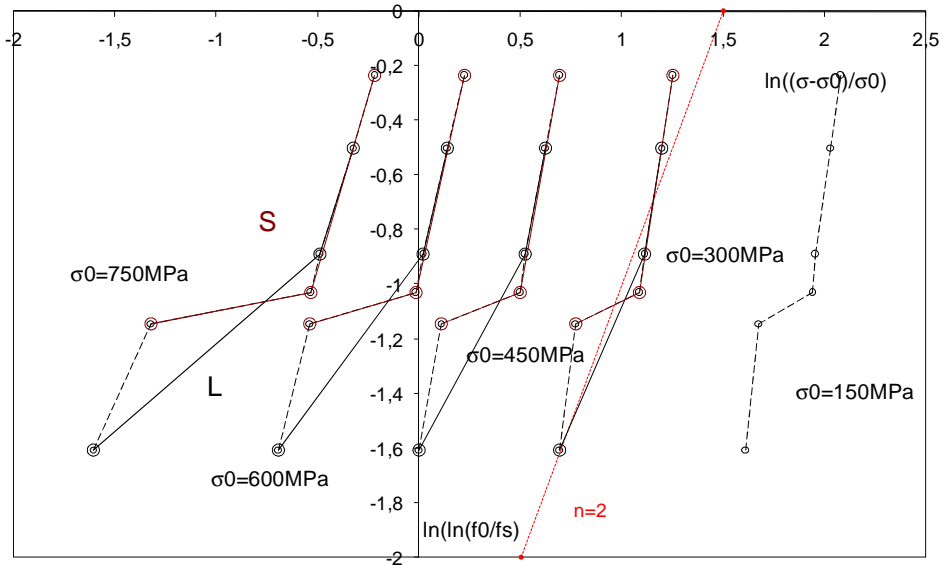


Figure 163 : Ajustement des paramètres de Weibull (σ_0 , k , n), à partir des points expérimentaux disponibles. La ligne en pointillée rouge représente le premier jeu de paramètres (300, 0,05, 2).

La Figure 164 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** montre que l'ajustement obtenu pour le composite L avec ce premier jeu de paramètres (300, 0,05, 2) est plutôt bien ciblé. En revanche le résultat est moins satisfaisant pour le composite S (Figure 165 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**).

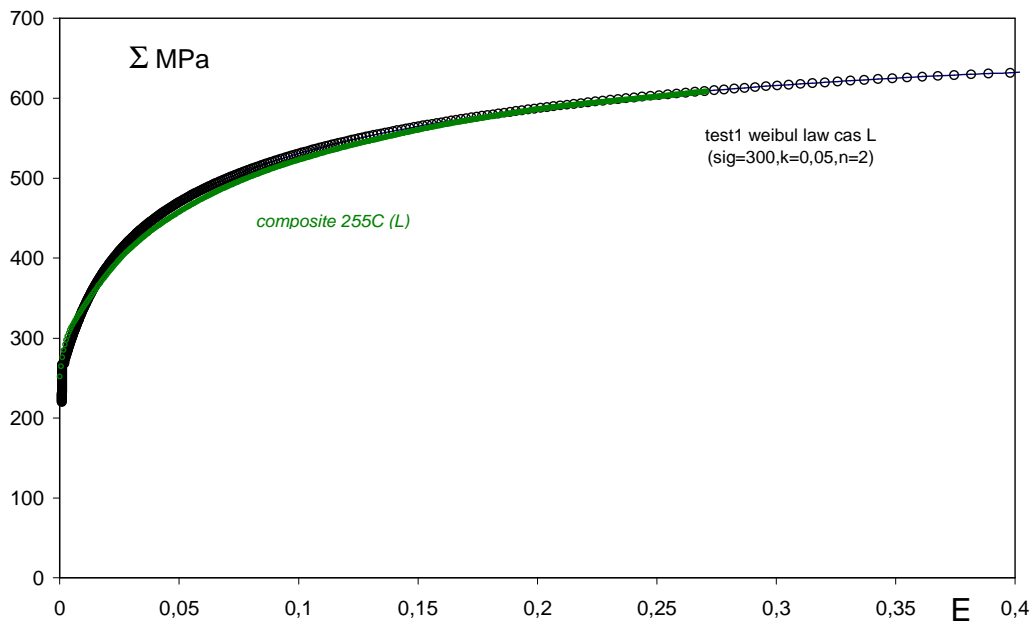


Figure 166 : Comparaison entre la courbe expérimentale du composite C et celle calculée par le modèle en utilisant un premier jeu de paramètres de Weibull (300, 0.05, 2).

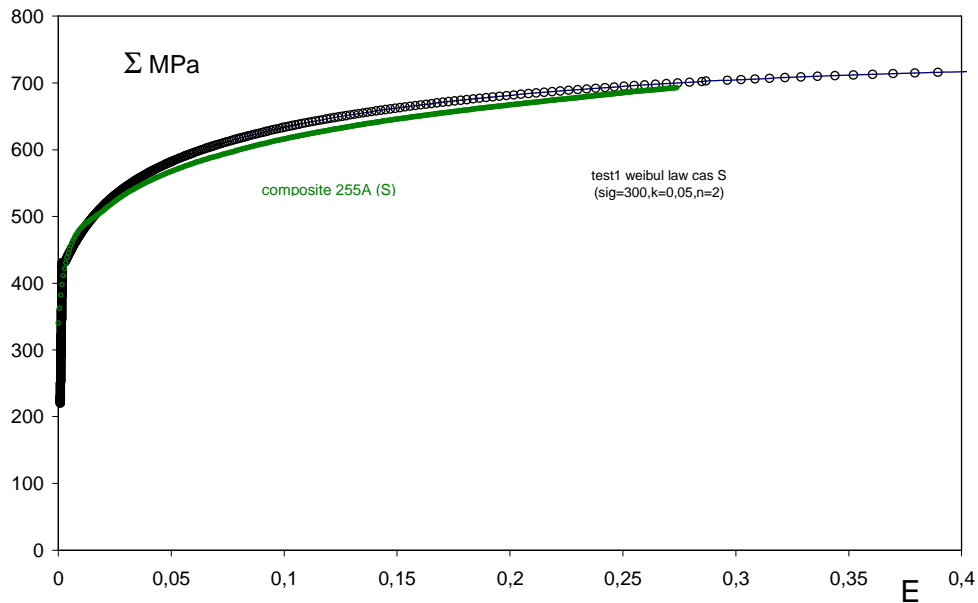


Figure 167 : Comparaison entre la courbe expérimentale du composite A et celle calculée par le modèle en utilisant un premier jeu de paramètres de Weibull (300, 0.05, 2).

Après quelques améliorations par essai/erreur, la recherche de paramètres convenant au mieux simultanément pour les 2 composites L et S s'est arrêtée au jeu (270, 0.09, 1.5). L'ajustement pour le composite L est montré par la Figure 168 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** et par la Figure 169 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** pour le cas S, avec les mêmes paramètres.

En effet, bien qu'un meilleur ajustement pour les 2 composites n'est sans doute possible qu'en dissociant les jeux de paramètres pour les 2 types de matériaux, l'hypothèse d'une loi unique reste suffisante ici.

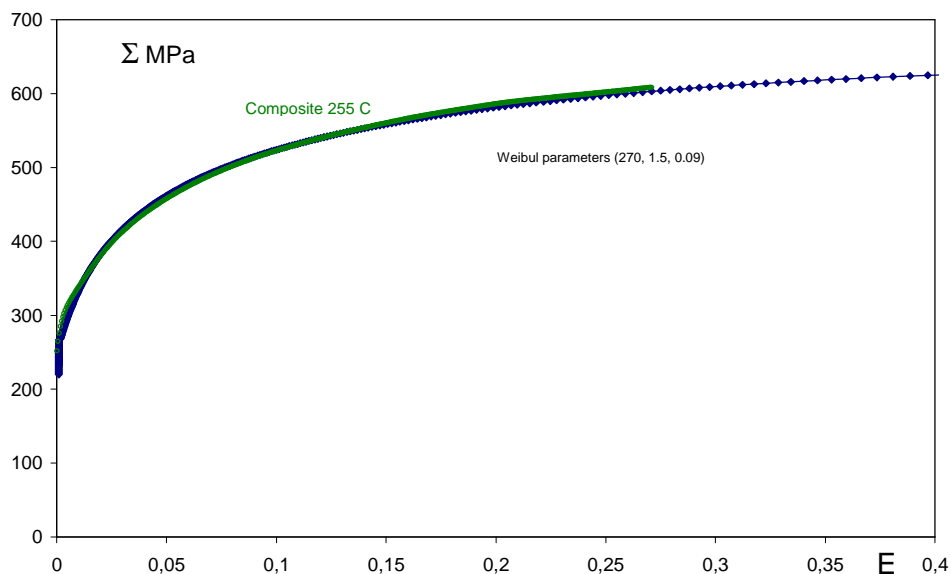


Figure 170 : Comparaison entre la courbe expérimentale du composite C et celle calculée par le modèle en utilisant un jeu de paramètres de Weibull optimisé (270, 0,09, 1,5).

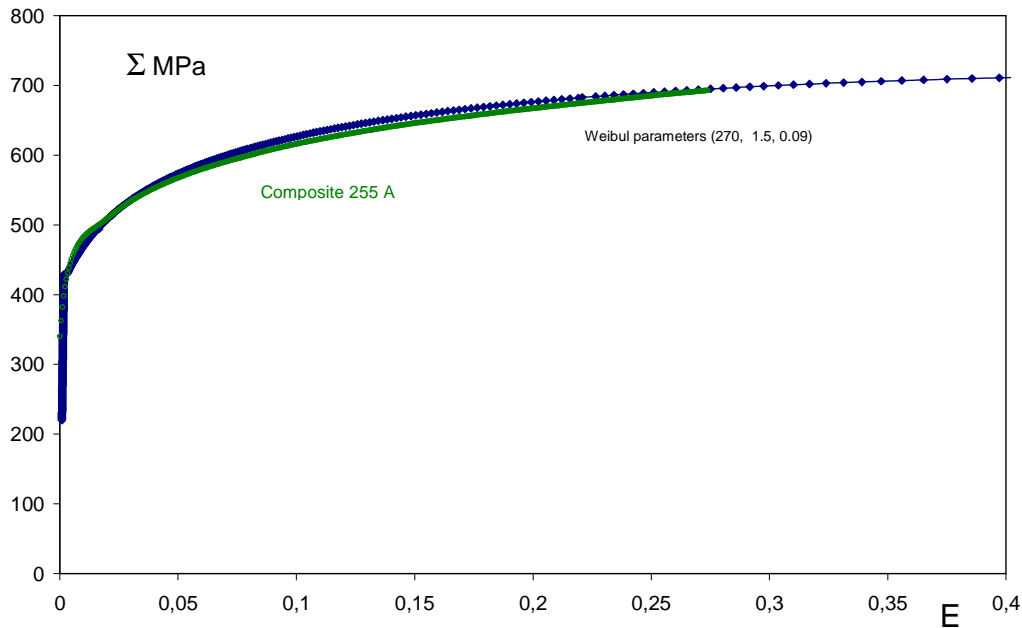


Figure 171 : Comparaison entre la courbe expérimentale du composite A et celle calculée par le modèle en utilisant un jeu de paramètres de Weibull optimisé (270, 0,09, 1,5).

En conséquence de ce compromis, la Figure 172 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** montre que le jeu des paramètres retenu (270, 0,09, 1,5) ne découle pas « naturellement » de l'alignement des 6 points disponibles (les 3 paramètres retenus se semblent pas bien associés). Il semble selon ce graphe que l'effort fourni, pour mieux ajuster le composite S, rapproche le jeu de paramètres retenu des 3 points qui lui correspondent.

Selon ce graphe, un jeu plus naturel (n, k) associé à la contrainte de 270MPa aurait été de garder $n=2$, choix conduisant à $\ln(k) = -3,2$, soit $k=0,04$ et donc le jeu (270, 0,04, 2).

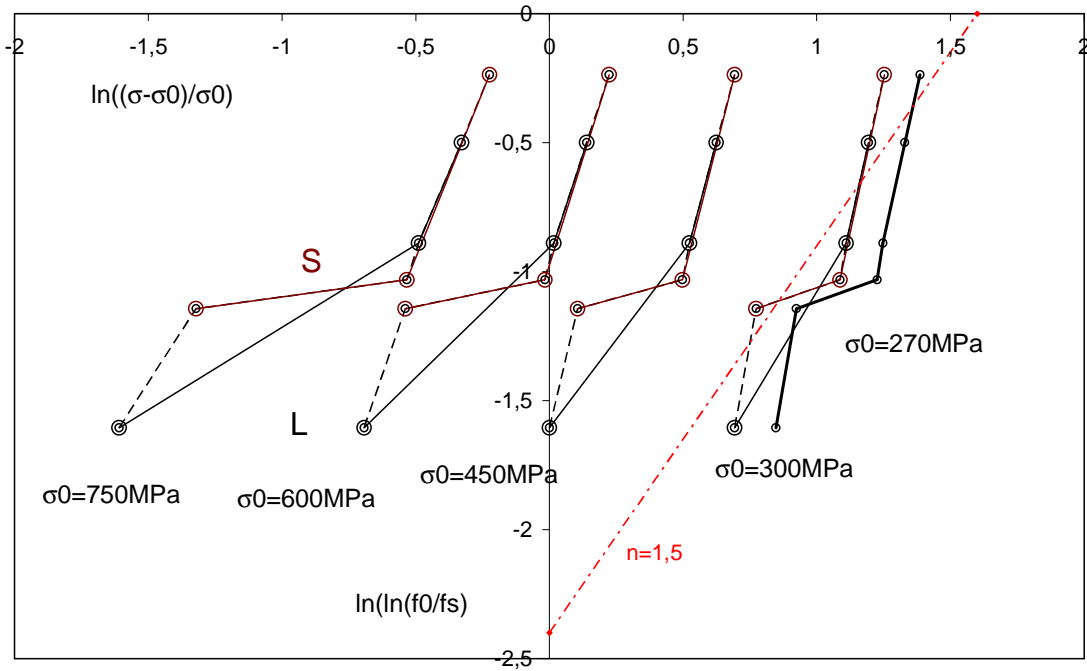


Figure 173 : Ajustement des paramètres de weibull (σ_0 , k , n), à partir des points expérimentaux disponibles.
La ligne en pointillée rouge représente le jeu retenu (270, 0.09, 1.5).

Sur la Figure 174 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** sont rapportés les lois d'endommagement progressif de type Weibull résultant

- i) du jeu (1) initialement déterminé de paramètres (300, 0.05, 2).
- ii) du jeu (2) de meilleur ajustement conjoint des 2 composites obtenu (270, 0.09, 1.5).
- iii) du jeu (3) a posteriori estimé plus « cohérent » pour un seuil fixé à 270 MPa (270, 0.04, 2).

Ces lois sont tracées avec les 6 points expérimentaux disponibles.

On constate que le choix semblant a posteriori « naturel » pour un seuil abaissé de 300 à 270 MPa (jeu 3), ne modifie quasiment pas le choix initial (jeu 1). En revanche, le jeu retenu de paramètres (jeu 2) est, comparativement, assez distinct des deux autres, même si les différences restent faibles dans la gamme de contrainte concernée.

Selon ce graphe, le jeu retenu (2) semble moins bien convenir que le jeu initial (1) (ou encore le jeu a posteriori (3) qui lui est quasiment identique). On constate que le jeu retenu satisfait le mieux les deux points les plus bas de la série de 6 points disponible. Un meilleur ajustement d'ensemble a donc été obtenu en passant au plus près de ces 2 points bas plutôt qu'en tentant de passer « en moyenne » dans la série. Mais les différences d'analyse en prenant le jeu initial (1) ou le jeu ajusté (2) ne seront que faibles, et les écarts restent de l'ordre de ceux déjà dus à l'ensemble des approximations faites.

Selon le choix fait, les contraintes dans les particules par exemple, sont estimées à +/- 50MPa au maximum dans la gamme de 500-1500 MPa.

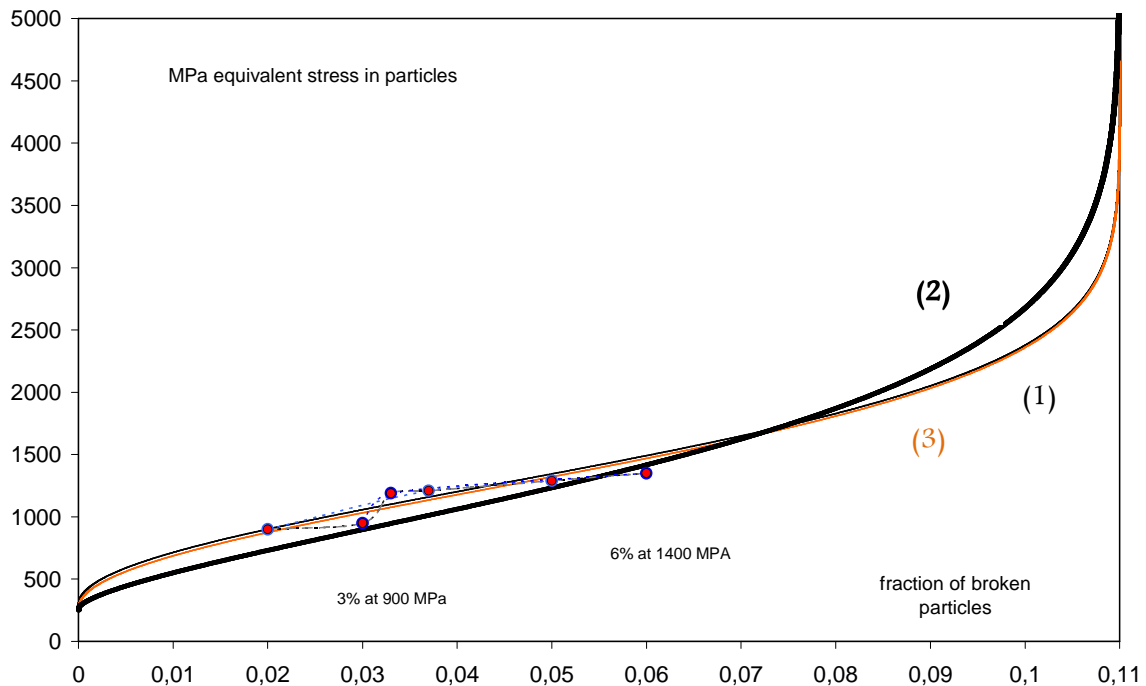


Figure 175 : loi d'endommagement progressif de type Weibull, tracée selon 3 jeux de paramètres déterminés. Les points expérimentaux disponibles sont également représentés.

Notons par ailleurs que l'information expérimentale est trop faible pour approcher la loi de manière plus précise que fait ici. Il n'y a pas un unique jeu de paramètres susceptible de « s'ajuster » sur cet ensemble limité de points. Les résultats restent toutefois cohérents, en première approximation, ce qui permet de considérer les informations rassemblées et notamment les ordres de grandeur des contraintes dans les particules.

En faisant le lien entre la contrainte dans les particules –fraction de particules cassées de la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** et celle établie sur la **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** (contrainte particules-taille de particules) on peut déduire qu'à 900 MPa, 3% de particules sur 11% (donc 27% du total) sont cassées et donc 73% restant sont saines et ont une dimension inférieure à 9µm de diamètre et à 1400MPa, 6% sur 11% (soit 55%) sont cassées et donc les 45% restant saines de dimension inférieure à 6µm. Cette prédiction est cohérente avec l'analyse quantitative de l'état initial des particules (cf. III.1.1.1.1, fig.49) qui montre, (en moyennant les statistiques du composites A et C) que 70% de particules ont une taille inférieure à 9µm et 48% ont une taille inférieure à 6µm.

En résumé, la loi proposée avec les paramètres (σ_0 , k, n) s'avère satisfaisante, dans le domaine de dommage contenu du matériau, pour les 2 nuances, compte tenu de l'ensemble des approximations faites pour y aboutir.

VI.6. Comportement résultant des composites.

Erreur ! Source du renvoi introuvable. Figure 176 récapitule les courbes de composites A et C ajustées, à partir de la loi de Weibull retenue (jeu 2), et expérimentale. Les ajustements ont considérés comme satisfaisant. Il est donc possible, dès lors, de faire une analyse complémentaire et comparative de l'endommagement dans les 2 nuances de composites.

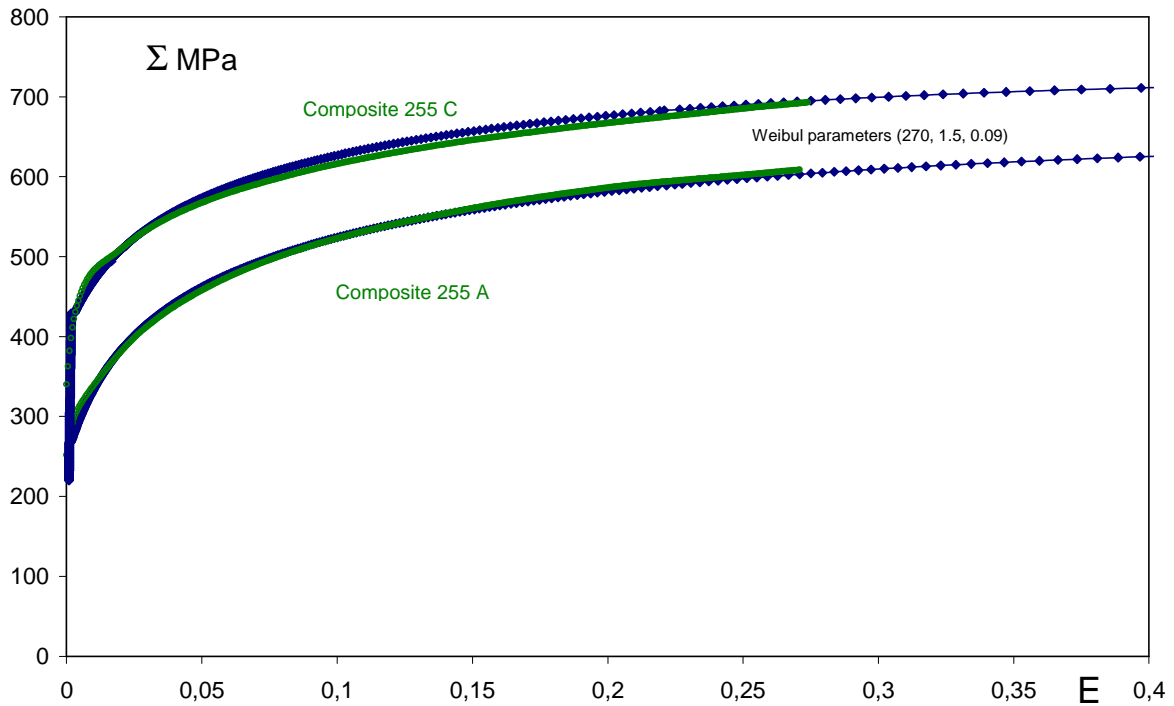


Figure 177 : Comparaison entre les courbes ajustées (avec le jeu retenu) et les courbes expérimentale des composites A et C considérés par cette analyse.

L'évolution avec la déformation de la fraction volumique relative aux différentes phases présentes dans les composites endommagés (i.e. matrice, particules, vide) est représentée par la Figure 178**Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

On constate que l'accroissement du volume total du matériau par la présence des vides intra-particulaires diminue la part relative de fraction volumique de matrice qui décroît et d'inclusions qui croît de la part de vide croissante. Le faible écart entre les nuances L et S est en accord avec l'écart d'endommagement modéré entre ces 2 nuances (cf. **Erreur ! Source du renvoi introuvable.** et Tableau 21). Les évolutions de l'endommagement correspondantes sont assez similaires pour les 2 nuances, et en assez bon accord avec les estimations initiales de calage.

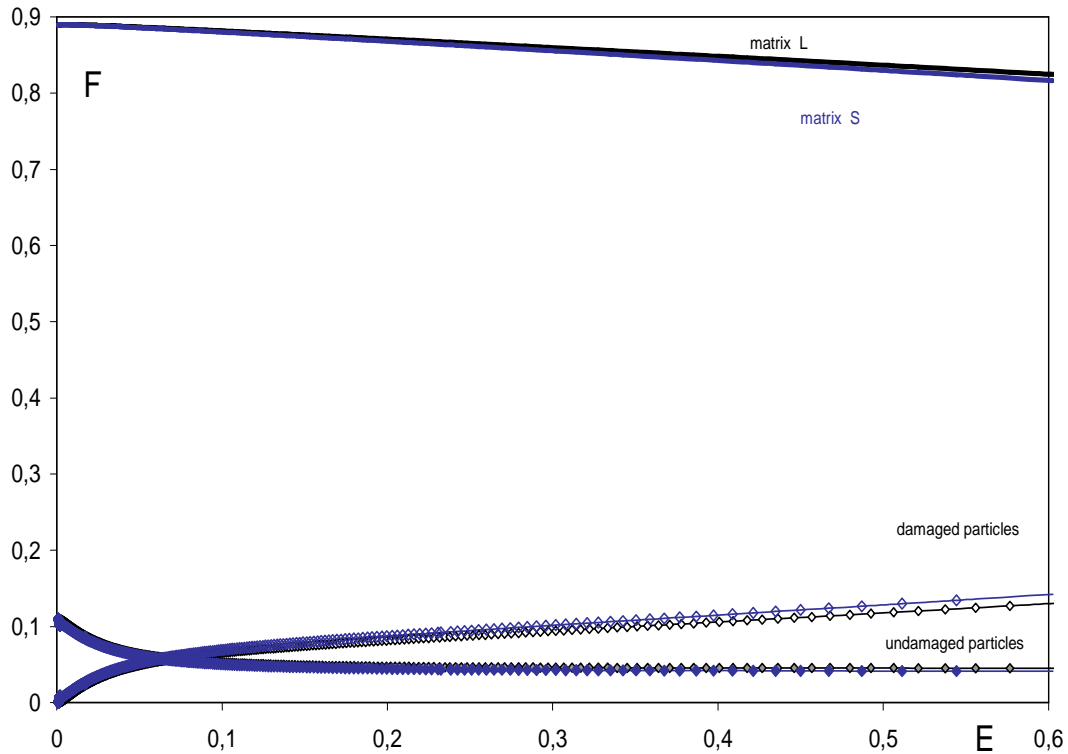


Figure 179 : Evolution de la fraction volumique des différentes phases des composites A (S) et C (L) endommagés

Lorsque les particules cassent, le volume total du matériau augmente de la quantité de vide ou cavités créées. Ainsi, la fraction volumique de particules augmente de cette quantité de cavités qu'elle contient et la fraction volumique de matrice diminue en conséquence.

La fraction volumique de cavités constitue une phase nouvelle. On peut donc, à une déformation donnée, extraire le taux de porosité dû aux fractures de particules par la différence entre la fraction volumique totale de particules (saines + endommagées) de la quantité initiale correspondante, ici 11% de particules saines pour les 2 nuances, le taux initial endommagé étant négligé. Cette variation de la porosité avec la déformation est reportée sur la Figure 180 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**

Il est à noter que la porosité mesurée expérimentalement correspond à une fraction volumique de zones dont le contraste autorise à les identifier à des porosités ou cavités, le plus souvent des fractures ouvertes au sein de particules cassées, alors que numériquement la porosité définie résulte de la différence de volume totale entre une inclusion cassée donc de modules infiniment faibles qui autorisent une grande déformation assimilée à une ouverture et une inclusion non cassée donc le volume reste quasiment constant. Ainsi, si les définitions sont différentes elles correspondent néanmoins assez bien à une même troisième phase de vide, qui croit au sein du composite initialement biphasé.

Qualitativement, sur la Figure 181 **Erreur ! Source du renvoi introuvable.**, l'évolution de la porosité est en cohérence avec les résultats expérimentaux (avec une porosité qui tend à être plus

importante dans le cas S). Toutefois, la comparaison avec la fraction volumique de pores mesurés expérimentalement en tomographie X (cf. V.1.3.2.2) montre que le modèle sous-estime le volume de vide créé dans le matériau (à $\varepsilon=27\%$ de déformation, la fraction volumique de pores mesurée est de 8,2% et de 11% respectivement pour le composite A et C alors qu'elle est de 2,7% et 3% selon le modèle). Cette sous-estimation peut être d'une part liée au fait que la porosité initiale est négligée dans le modèle et aux différentes approximations faites, et due d'autre part à un manque de souplesse du modèle lui-même dans sa représentation de la décroissance des modules élastiques qui ne sont pas strictement mis à zéro dans les particules endommagées.

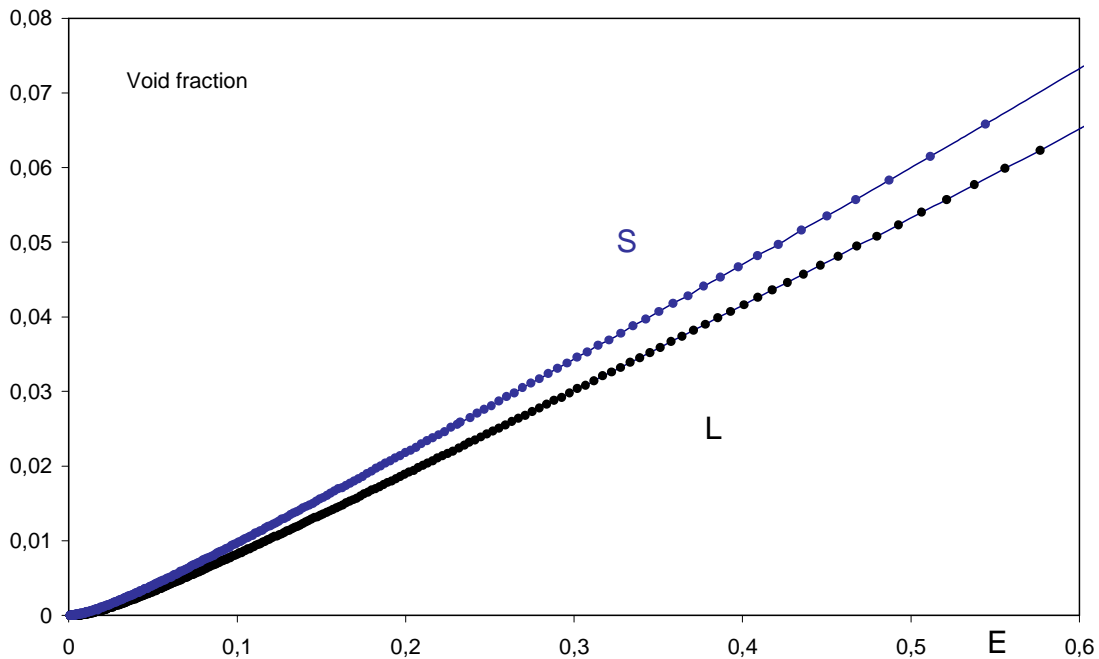
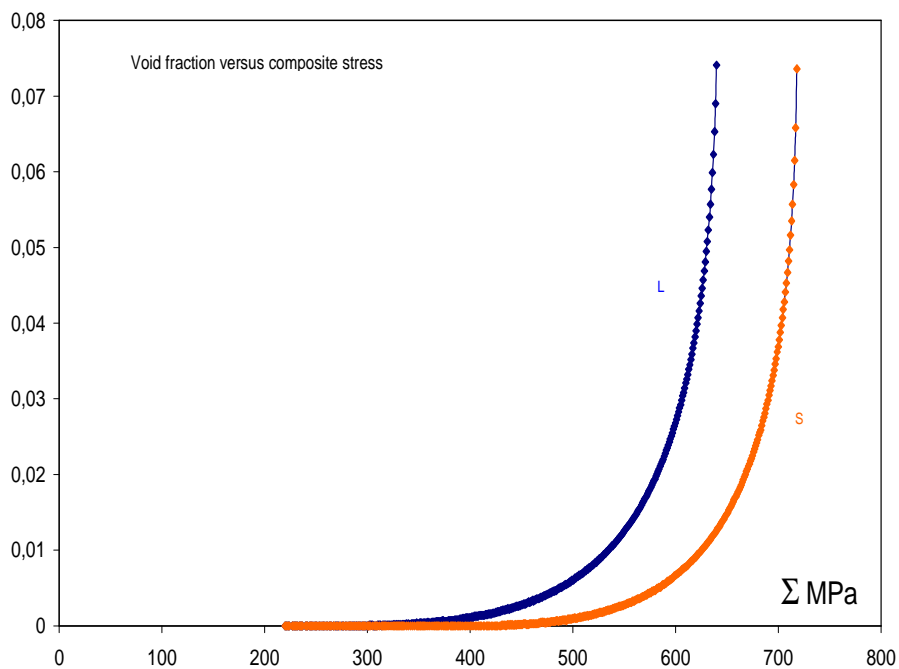


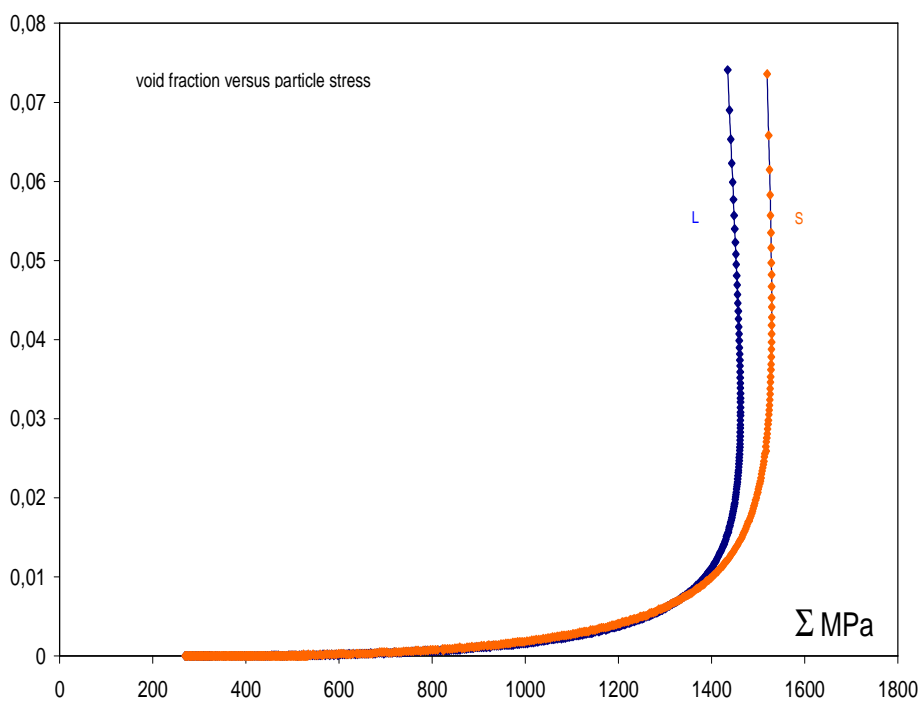
Figure 182 : évolution de la porosité avec la déformation pour les composites 255C (L) et 255A (S)

Si on examine cette évolution de porosité en fonction des contraintes équivalentes dans le composite d'une part (Figure 183 **Erreur ! Source du renvoi introuvable..a**) et dans les particules saines d'autre part (Figure 184 **Erreur ! Source du renvoi introuvable..b**), on constate que la relation n'est unique dans aucun des 2 cas, ce qui indique que cette évolution implique non seulement les contraintes dans les particules mais aussi celles dans la matrice.

On notera, par ailleurs, que les contraintes équivalentes dans les particules saines finissent par décroître quand le dommage augmente (effet d'autant plus marqué que le comportement de la matrice est plus ductile (plus important pour les gros grains L que les petits grains S), ce qui pourrait indiquer que le dommage ne progressera plus selon un critère basé sur cette contrainte, ou bien encore suggérer un critère de ruine prochaine du composite que la loi de Weibull ne permet pas de prédire. Ces indications seront à examiner davantage dans les suites potentielles de ce travail.



(a)



(b)

Figure 185: évolution de la porosité avec la contrainte équivalente (a) dans le composite et (b) dans les particules, pour les composites C (L) et A (S)

Conclusion

Cette analyse relativement sommaire, qui a écarté la plupart des spécificités de microstructure fine du composite en les moyennant dans une isotropie générale probablement excessive, a néanmoins permis de mettre quelques informations quantitatives sur des éléments d'importance que la littérature ne procurait pas.

En premier lieu, elle a permis de donner des valeurs aux contraintes supportées par les particules TiB_2 au sein du composite, dont l'ordre de grandeur s'établit entre 900 et 1400 MPa (+/- 50MPa) durant un chemin de déformation approchant les 30%.

L'examen expérimental de l'évolution de l'endommagement, à la fois en nombre, en distributions de tailles et en fraction de particules cassées a permis de corrélérer ces contraintes aux états d'endommagement, permettant ainsi de donner un ordre de grandeur de la contrainte de rupture de ces particules en fonction de leur taille. En ordre de grandeur utile, on peut dire que les diamètres des particules restant saines à 900MPa et à 1400 MPa sont inférieurs à $9\mu m$ et $6\mu m$ respectivement, en cohérence avec les données expérimentales. D'autre part, la relation entre contraintes et fractions volumiques de particules cassées a conduit à une estimation de loi de Weibull qui bien que première approximation s'avère s'appliquer et permet de faire des prédictions, si les mêmes particules sont introduites, soit en plus grande quantité dans les mêmes matrices, soit dans des matrices plus raides ou moins raides.

Quelques caractéristiques plus subtiles (moins évidentes) de comportements peuvent être identifiées lors d'éventuelles explorations futures. Ces types d'informations ne sont pas accessibles si l'on ne dispose pas d'une telle loi d'endommagement, pourtant sommaire.



Conclusion générale et perspectives

Le présent travail s'inscrit dans le cadre du projet ANR « ADRERA », Acier à Densité Réduite Et à Rigidité Améliorée, et a pour but d'analyser les mécanismes de plasticité et d'endommagement statistiquement représentatifs, d'une nouvelle famille de composites à matrice acier Fe-TiB₂, en lien avec son comportement global afin de disposer d'une base de données expérimentale, qui complète et approfondit les connaissances préliminaires et permet d'alimenter les modèles pour les applications de mise en forme.

Ce travail a combiné des mesures expérimentales de différentes natures et l'application de deux types de modèle : un modèle phénoménologique visant à décrire l'écroutissage des composites et un modèle d'homogénéisation pour les matériaux hétérogènes endommageables pour prévoir les contraintes dans les phases à partir de données d'endommagement et du comportement effectif

La caractérisation expérimentale de la microstructure initiale à l'échelle MEB/EBSD de trois nuances de composites, de taille de grain de matrice différente, a mis en évidence une forte texture morphologique et cristallographique des particules TiB₂. Les mesures EBSD des différentes matrices ont permis d'analyser la morphologie et la texture de la ferrite qui peut être considérée globalement isotrope, en plus de la mise en évidence d'hétérogénéités intragranulaires présente dès l'état initial au sein du matériau à petits grains de matrice. Deux aciers de composition analogues à celle de la matrice de composites étudiés, dont l'un a été retenu comme état de référence pour la matrice à gros grains dans l'analyse de l'écroutissage des composites, ont été également caractérisés.

Les différents matériaux ont été principalement examinés lors de chargements en cisaillement simple monotone et inversé, afin d'accéder aux parts isotrope et cinématique de l'écroutissage. D'un point de vue expérimental, l'essai de cisaillement simple permet d'imposer de grandes déformations plastiques et d'inverser le sens de sollicitation permettant l'estimation de la composante cinématique de l'écroutissage par mesure de l'effet Bauschinger, indispensable pour une bonne prédiction du

comportement mécanique global. Les essais réalisés pour les différents matériaux ont montré, d'une part, que la présence de renforts n'«efface» pas les effets spécifiques au changement de sens de chargement (i.e. régime transitoire de l'écrouissage, adoucissement permanent) rencontrés dans les matériaux ferritiques après de déformations importantes et d'autre part que le « backstress » peut présenter une partie non négligeable de la contrainte d'écoulement aussi bien pour les composites (attribué aux renforts) que pour l'acier de référence (effet de Ti en solution solide). Ces résultats permettent d'apporter de nouveaux éléments pour la compréhension et la prévision du comportement mécanique. Les informations quantitatives ont été utiles à la modélisation de l'écrouissage des composites à partir de celui de la matrice.

Afin de tester la pertinence de modélisations phénoménologiques existantes de l'écrouissage pour les aciers du secteur automobile pour la description du comportement des composites Fe-TiB₂, une approche de type KME, basée sur une variable d'écrouissage scalaire (densité de dislocations), étendu à la prise en compte de l'effet de solution solide sur l'écrouissage cinématique de la ferrite par l'introduction d'un seul paramètre matériau, et validé par dans le cas d'acier ferritique (Bouaziz, Barbier et al. 2013), a été considérée. L'effet composite est pris en compte par une loi des mélanges standard, en postulant une loi phénoménologique pour le comportement des particules. L'approche utilisée avec succès par (Allain and Bouaziz 2008) dans le cas d'acier ferrito-perlitique introduit uniquement deux paramètres. Ainsi, à partir d'un jeu de paramètres fixé pour la ferrite, et d'un nombre réduit de paramètres matériau supplémentaires à identifier (3 paramètres), le modèle réussit à reproduire, l'augmentation du backstress avec l'introduction de solutés (Ti) d'une part, et des particules de renforts, d'autre part. Néanmoins, le modèle proposé prévoit une plasticité importante des particules TiB₂, ce qui est contradictoire avec les observations réalisés par EBSD effectuées après déformation, qui ne montrent pas d'éventuelles marques de plasticité significative dans les particules à cette échelle, bien que des dislocations aient été observées à une échelle plus fine en MET dans certaines particules par les partenaires du projet (collaboration en cours avec l'ICMPE). La modélisation à base physique de l'écrouissage des composites nécessiterait donc des analyses plus fines.

Les observations MEB et en tomographie X des états déformés en cisaillement et en flexion quatre points permettent d'identifier le mode d'endommagement prépondérant de cette famille de composite (rupture de particules), qui semble gouverné plutôt par le champ mécanique que par l'orientation cristallographique des particules TiB₂. Les fissures dans les particules se produisent statistiquement proche de plans perpendiculaire à la direction d'extension maximale liée à l'état de déformation global, et, d'un point de vue cristallographique, sont généralement éloignées d'un plan basal ou prismatique. Les analyses quantitatives d'endommagements issues de l'ensemble des mesures effectuées en 2D (MEB/EBSD) et en 3D (tomographie X) mettent en évidence une sensibilité de l'endommagement à la taille des particules, à la taille de grain de la matrice, à l'orientation du chargement par rapport à l'orientation privilégiée des particules et au changement du sens de sollicitation.

A l'échelle de l'EBSD, l'analyse de l'évolution microstructurale de la matrice montre une structuration intragranulaire dans la matrice s'accroissant avec la déformation, sans toutefois révéler d'hétérogénéités particulièrement marquantes autour des particules TiB_2 à cette échelle, ce qui mériterait une analyse plus fine à l'échelle du MET.

Afin d'accéder à des estimations des contraintes de rupture des particules, une étude complémentaire sur l'endommagement en chargement monotone de cette famille de composites, a été réalisée, via l'application d'un modèle de simulation du comportement local de matériaux hétérogènes, construit sur le principe des méthodes d'homogénéisation, en élasto-plasticité et qui permet d'accéder aux contraintes dans les différentes phases constitutives du composite. Les contraintes de rupture dans les particules TiB_2 , sont prévues par le modèle à partir d'une loi d'endommagement de type Weibull. Les résultats conduisent à une plage en contraintes de 900-1400MPa corrélée d'une part à leur taille et d'autre part à la fraction de particules endommagées (ou saines, ce qui permet de se situer par rapport aux caractéristiques de la microstructure). Notons que la contrainte de saturation (et pouvant être interprétée comme contrainte de rupture) dans les particules utilisées dans l'approche, complètement différente, de la modélisation phénoménologique de l'écroutissement (1200 MPa) est incluse dans cette plage de contraintes.

Tenant compte de l'ensemble des hypothèses parfois fortes pour y aboutir (endommagement initial négligé, sollicitation de traction alors que les courbes et les mesures sont faites en cisaillement, isotropie générale avec des particules sphériques...), la comparaison avec l'expérience des prédictions du modèle d'endommagement est globalement satisfaisante aussi bien au niveau des ajustements du comportement global des deux composites concernés par cette étude (A et C) à partir de la loi d'endommagement établie que sur les tendances d'évolution de l'endommagement prévues entre ceux-ci (porosité plus importante au sein du composite C) malgré une sous estimation du modèle de la quantité de porosités créées.

Les perspectives ouvertes de ce travail concernent essentiellement :

- ✕ D'un point de vue expérimental :
 - des analyses complémentaires d'endommagement sur des états déformés à des valeurs intermédiaires (idéalement entre $\epsilon=10\%$ et $\epsilon=30\%$) afin de mieux cerner la cinétique d'endommagement et le calage du modèle.
 - une analyse du champ de déformation à l'échelle des essais in-situ en MEB, qui n'a pu être réalisée par manque de temps malgré la réalisation de microgrilles sur les éprouvettes de flexion, afin de mieux analyser les hétérogénéités de déformation et leur lien avec la texture locale, et pour disposer de mesures quantitatives à confronter à des simulations par éléments finis de structures hétérogènes.
 - à l'échelle du MET, des analyses fines permettraient de préciser le lien éventuel entre la présence de dislocations dans les particules et leur rupture. Une comparaison plus poussée des microstructures de la matrice d'une part et de la ferrite de référence d'autre part permettrait

également de statuer sur les limites de la représentativité de cet état de référence, ainsi que d'éclairer le rôle du titane dans la matrice.

- Le travail expérimental s'est basé ici sur des essais non standard (cisaillement simple, flexion in-situ) cependant l'analyse du comportement des composites en chargement complexe nécessiteraient d'autres chargements mécaniques permettant d'explorer notamment le domaine de l'expansion ainsi que la réponse à des changements de trajets représentatifs de procédés réels de mise en forme, afin d'apprécier plus finement leur domaine de formabilité en conditions plus sévères.

✘ D'un point de vue de la modélisation :

- l'approche phénoménologique de l'écrouissage devrait être améliorée par la prise en compte des régimes transitoires d'écrouissage en chargement inversé, et validé par des confrontations plus précises avec les mécanismes observés en MET

- L'amélioration de la modélisation micromécanique afin de tenir compte (i) de l'écrouissage de la matrice expérimentale, (ii) de l'anisotropie de forme des particules qui sont plutôt isotrope transverse, (iii) du type de chargement réel, qui est le cisaillement simple ici. Le modèle devrait idéalement prédire l'effet de taille de grain de la matrice en simulant le comportement du composite à petits grains à partir de celui à gros grains de matrice.

Annexe 1 (§ II1.1.2)

Tableau récapitulatif de l'état de fourniture des matériaux de l'étude.

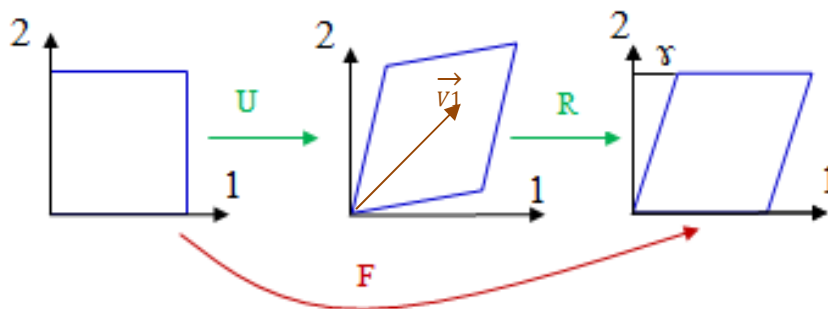
	A		B			C	F1	F2
Date de réception	01/2011	11/2011	01/2011	04/2011	03/2012	01/2011	09/2012	09/2012
Quantité et dimensions (mm²)	10 ép. de cisaillement DT 38*23	1 plaque 180*90 1 plaque 130*90 1 plaque 90*60	10 ép. de cisaillement DT 38*23	11 ép. de cisaillement DT 38*23*	2 plaques 50*80	10 ép. de cisaillement DT 38*23	1 plaque 500*150	1 plaque 500*150

Annexe 2.a (§ V1.3.1.2)

Calcul d'angle ϕ selon la cinématique de glissement (§V.1.3.1.2) :

On considère le tenseur F de transformation finie tel que $\tilde{F} = \tilde{R}\tilde{U}$ et $\tilde{F} = \begin{pmatrix} 1 & \gamma & 0 \\ 0 & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$, selon le

schéma ci-dessous :



La déformation locale est définie par le tenseur de Cauchy–Green \tilde{C} , donné par

$$\tilde{C} = \tilde{F}^T \tilde{F} = \tilde{U}^2 = \begin{pmatrix} 1 & \gamma & 0 \\ \gamma & 1 + \gamma^2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}.$$

\tilde{C} et \tilde{U} ont ainsi les mêmes vecteurs propres.

La direction d'extension maximale se trouve dans la direction du vecteur $\tilde{F}\vec{V}_1$, avec \vec{V}_1 vecteur propre de \tilde{U} . Cette direction peut donc s'obtenir en considérant la rotation du vecteur propre \vec{V}_1 correspondant à l'élongation maximale.

$$\tilde{F}\vec{V}_1 = \tilde{R}\tilde{U}(\vec{V}_1) = u_1 R(\vec{V}_1) \text{ avec } \vec{V}_1 = \begin{pmatrix} u_2 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}, \text{ on obtient ainsi } \tilde{F}\vec{V}_1 = \begin{pmatrix} \gamma + u_2 \\ 1 \\ 0 \end{pmatrix}$$

D'autre part, l'application du tenseur R au vecteur \vec{V}_1 donne l'expression de u_2 :

$$u_2 = \frac{1}{2} (-\gamma + \sqrt{4 + \gamma^2}) \text{ avec } \tilde{R} = \frac{1}{\sqrt{1 + \frac{\gamma^2}{4}}} \begin{pmatrix} 1 & \frac{\gamma}{2} & 0 \\ -\frac{\gamma}{2} & 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$

La rotation propre autour de l'axe 3 et d'angle θ tel que $\tan(\theta) = \frac{1}{\gamma + u_2}$

Or l'angle ϕ que ferait une fissure perpendiculaire à la direction d'extension maximale, avec l'axe (1) = DC, est complémentaire à l'angle θ , et est donné par :

$$\phi = \frac{\pi}{2} - \theta = \pi/2 * \tan^{-1} \{ (1 + \gamma^2/2)^{1/2} - \gamma/2 \} \rightarrow \text{Pour } \gamma=0,5, \phi=51^\circ$$

Annexe 2.b (§V.1.3.2.2)

Rendus volumiques de porosité, seuillée en jaune, issus des mesures par tomographie X.

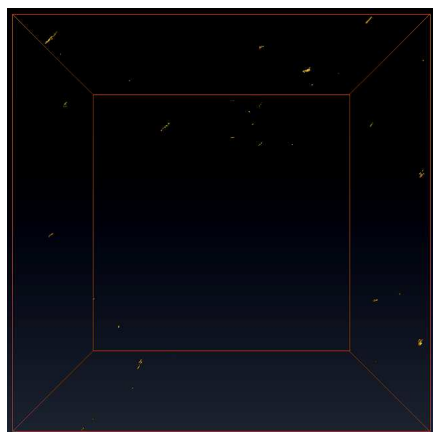
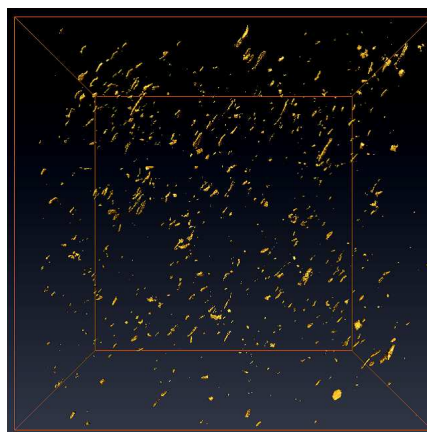
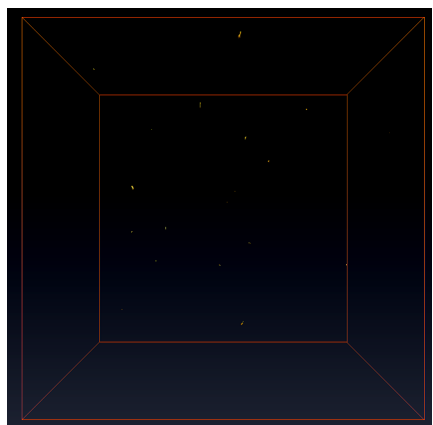
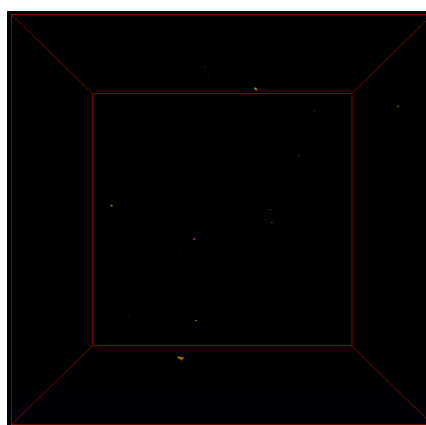
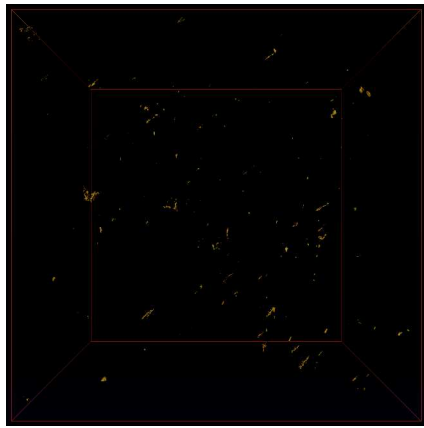
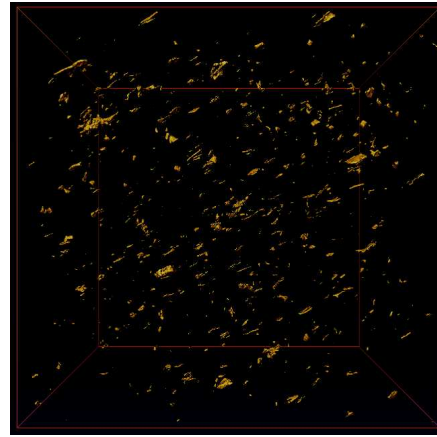
 $\gamma=17 \%$  $\gamma=50 \%$

Figure 186 : rendus volumiques de porosité du composite 255A en fonction de la déformation monotone de cisaillement

 $\gamma=0 \%$  $\gamma=5 \%$

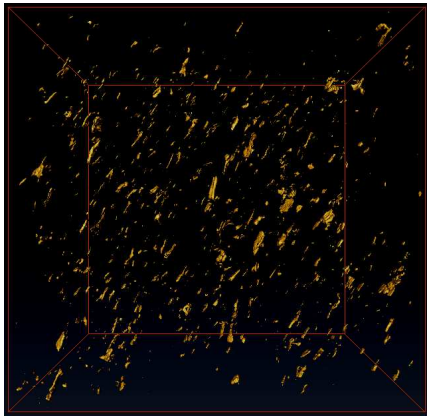


$\gamma=17\%$

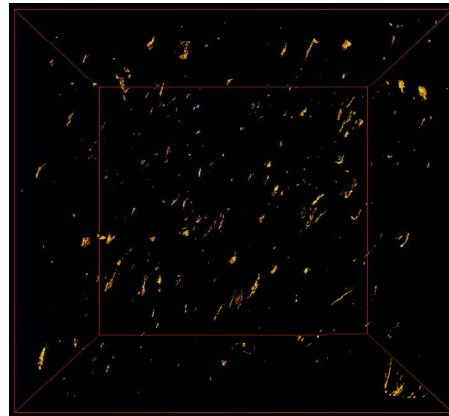


$\gamma=50\%$

Figure 187 : rendus volumiques de porosité du composite 255C en fonction de la déformation monotone de cisaillement



Cisaillement DT



Cisaillement DL

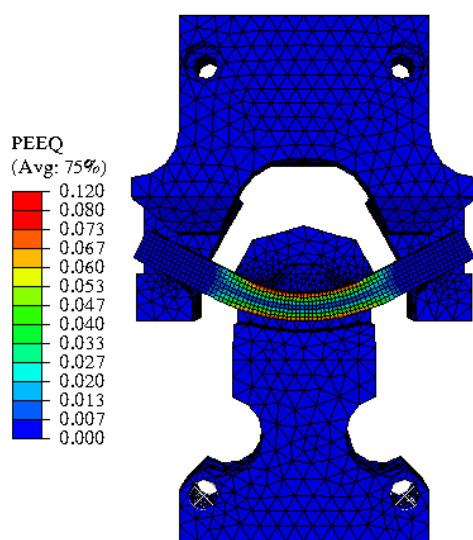
Rendus volumiques de la porosité du composite B après $\gamma=50\%$ de déformation selon la direction de laminage et la direction transverse.

Annexe 2.c (§V.2)

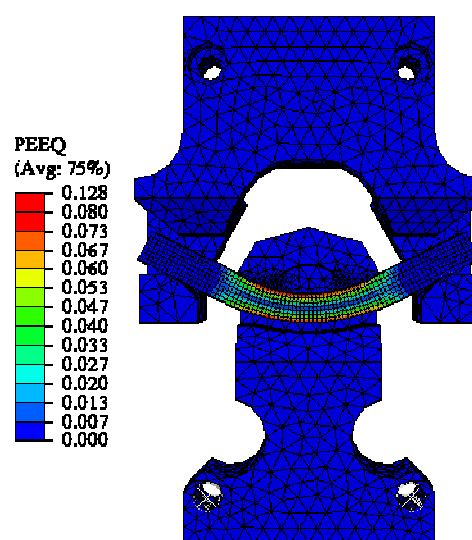
Simulation 3D de l'essai de flexion par éléments finis :

- Géométrie et maillage de l'outil et de l'éprouvette créés sur CATIA, transférés ensuite sur Abaqus pour calcul éléments finis
- Outil
 - Type de maillage : éléments tétraédriques linéaires à intégration complète, raffinés au niveau du contact afin de bien modéliser le coude.
 - Comportement élastique
 - Contact sans frottement, sans interpénétration

- Conditions au limites : déplacement imposé sur outil inférieur (de -3,5 mm)/Outil supérieur encastré
- Eprouvette
 - Géométrie réelle
 - Maillage hexaédriques linéaires à intégration complète, de taille 0,4mm
 - Loi de comportement élastoplastique (E , ν , $\sigma_{\text{plastique}}$ expérimental)



Eprouvette (L)



Eprouvette (T)

Annexe 3.a (§ VI.1)

Damage modelling

As shown by means of tomographic investigations, in aluminium alloys containing dilute concentrations of hard particles, damage during forming is observed to mostly start from particles. It is initiated either as particle fracture or as particle/matrix debonding, and then grows as void opening, up to void coalescence and material ruin.

Therefore, a model for particle-induced damage has been derived from the introduction of “phases” representing damaged particles, or porosities, in a homogenisation framework for elastic-plastic heterogeneous materials. Basically, this amounts to estimate along a given loading process, the current stress and strain states in individual particles as well as in the aluminium matrix, and to specify, according to such “local” information, a proportion of fractured or debonded particles. The different types of damaged particles are next treated as specific phases of increasing concentration, of vanishing stiffness and of void-like deformation with regard to one, two or the three orthogonal main directions of stress. Damage evolution is estimated in terms of overall porosity volume fraction and its anisotropy in terms of area fractions of void sections along main stress directions.

The explicit account, in the damage modelling, for the particles that are present in the alloy, in terms of their physical nature (stiffness and damage threshold) and morphological characteristics (concentration, size and shape distributions, spatial arrangements) is an innovative feature improving the state of the art in the field.

MODELLING DESCRIPTION

The micro-mechanical model within which the damage law has been implemented is based on a classical self-consistent procedure for heterogeneous materials described as an assemblage of “phases”, in the sense of domains of different mechanical or morphological characteristics (grains of aluminium matrix – all identical, i-e not single crystals – particles, voids), step-wise using an affine formulation¹. As formulated, the damage modelling can potentially be coupled with any plasticity model considered convenient for the particle-free alloy, provided some connexion adjustments. Load is prescribed through mixed complementary stress-strain (Σ, E) conditions (in small strain mechanical formalism).

Damage nucleation

Particle fracture is considered to be driven by the stress and/or strain fields inside the particles. The fracture criterion is taken to obey a Weibull-type law, within which the driving force must be

¹] M. Masson, M. Bornert, P. Suquet, A. Zaoui, J. Mech . Phys. Solids, **48**, (2000) p.1203.

specified according to available observations. The modelling makes use of the equivalent stress in one undamaged particle of the type of concern. This stress can be taken as uniform under the assumption of ellipsoidal particle shapes. One first estimates the initially $f_0^{(i)}$ volume fraction of particles of each (i) type which remain undamaged at the $\sigma_{eq}(i)$ stress in the particle, related to a current (Σ, \mathbf{E}) state, as:

$$f^{(i)} = f_0^{(i)} \sum_{\alpha(i)} G^{\alpha(i)}, \quad G^{\alpha(i)} = f_0^{(i)} \exp^{-k^{\alpha(i)} \left(\frac{\sigma_{eq}(i)}{\sigma_0^{\alpha(i)}} - 1 \right)^{n^{\alpha(i)}}} \quad \text{if } \sigma_{eq}(i) \geq \sigma_0^{\alpha(i)}, \text{ or } 0 \text{ if not.}$$

The $\alpha(i)$ summation allows to account for several (α) damage mechanisms concerning a same (i) particle type, when taken to obey a similar law form, but defined by different (k, n, σ_0) parameter sets. So defined, the particle fracture nucleation criterion gives the, initially $f_0^{*(i)}$, volume fraction of damaged particles as:

$$f^{*(i)} = f_0^{(i)} \left(1 - \sum_{\alpha(i)} \exp^{-k^{\alpha(i)} \left(\frac{\sigma_{eq}(i)}{\sigma_0^{\alpha(i)}} - 1 \right)^{n^{\alpha(i)}}} \right) + f_0^{*(i)} \quad (1).$$

While the volume fraction of damaged particles varies according to eq.(1), the fracture mode depends on the relative values and signs of the main stresses in the reference undamaged particle, according to a case study, given in Table 1.

$ \sigma_1 > \sigma_2 > \sigma_3 $	Brk \perp 1,2,3	Brk \perp 1,3	Brk \perp 1,2	Brk \perp 2,3	Brk \perp 1	Brk \perp 2	Brk \perp 3
+++	If $\sigma_3 > b\sigma_1$		If $\sigma_3 < b\sigma_1$		If $\sigma_2 < b\sigma_1$		
++-			If $\sigma_2 > b\sigma_1$		If $\sigma_2 < b\sigma_1$		
+-+		If $\sigma_3 > b\sigma_1$			If $\sigma_3 < b\sigma_1$		
---					Yes		
-++				If $\sigma_3 > b\sigma_2$		If $\sigma_3 < b\sigma_2$	If $\sigma_2 < b\sigma_3$
-+-						Yes	
--+							Yes

Table 1 : Fracture modes according to the relative signs of the main ($|\sigma_1| > |\sigma_2| > |\sigma_3|$) stresses in a particle. The $b \in (0,1)$ coefficient is taken equal to 0.5. Break (Brk) occurs provided

$$\sigma_{eq}(i) \geq \min_{\alpha} (\sigma^{\alpha} 0i).$$

In a first approximation, particle/matrix debonding can be treated as particle fracture, i-e using eq.(1) with different parameter values. But while particle fracture is likely depending on the particle stress-strain state, a particle debonding criterion is expected to more intricately depend on both the particle and the matrix states, and neglecting matrix influence may be excessive. Therefore, the dual alternative of a debonding process only depending on the matrix stress-strain state has been also considered in treating debonding as free porosity nucleation in the matrix “phase”, driven by the mean matrix equivalent stress, and regardless of the particle existence (unless through the chosen critical debonding stress). This “pseudo-debonding” nucleation criterion thus allows to express an, initially f_0^p , porosity volume fraction in the (m) matrix under the form:

$$f^p = \frac{\sum_{\alpha} C^{\alpha} \exp\left(\frac{(\sigma_{eq}(m) - \sigma 0^{\alpha})}{k\alpha}\right)^{n\alpha}}{1 + \sum_{\alpha} C^{\alpha} \exp\left(\frac{(\sigma_{eq}(m) - \sigma 0^{\alpha})}{k\alpha}\right)^{n\alpha}} + f_0^p \approx \sum_{\alpha} C^{\alpha} \exp\left(\frac{(\sigma_{eq}(m) - \sigma 0^{\alpha})}{k\alpha}\right)^{n\alpha} + f_0^p \quad (2).$$

The approximation in eq.(2) holds as far as the void concentration remains low, i-e coalescence is not attained. The (α) summation allows to account for several (α) matrix porosity nucleation mechanisms, taken to obey a similar law form, with different (C, k, n, σ_0) parameter values.

Porosities are taken as elastic inclusions of infinitely small elasticity moduli.

As schematised in figure 1, this damage modelling accounts for three types of nucleated voids: planar fractures in particles (possibly in several orthogonal directions), obeying eq.(1), voids in the matrix obeying eq.(2), and voids at particle-matrix interfaces (debonding), either treatable as fractures inside particles or as matrix voids. All particle and void shapes are taken ellipsoidal. The overall porosity is the sum of the individual volume fractions of these voids types, time the different particle types if not all taken identical. In practice, the initial volume fraction of damaged particles could be more conveniently treated as a separate particle "phase", to allow secondary fracture. However, as the modelling has been implemented (into a fortran77 code), it is easier so far to treat the pre-existing voids in the particles as an initial porosity "phase" in the alloy. A mean shape for the initial voids is then accounted for. The parameters appearing in the above laws are specified from the tomographic analyses performed during the VIRFORM program.

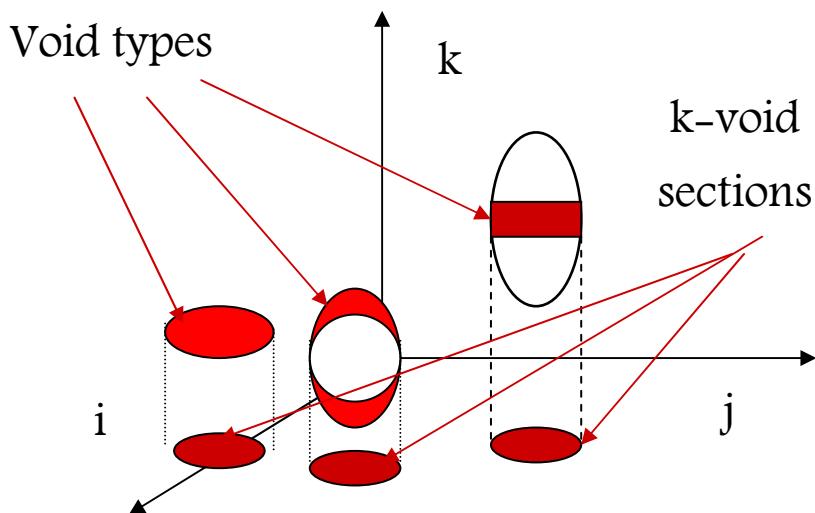


Figure 1 : different void types accounted for in the damage modelling, and void section definition.

Damage growth

Under tensile stress(es), the $\mathbf{C}^{(i)}$ elasticity moduli of a (i) particle fractured normally to a \mathbf{u} direction, are assumed modified into $\mathbf{C}^{*(i)}$ moduli such that, $C_{uuvv}^{*(i)} = \eta C_{uuvv}^{(i)}$ and $C_{uvuv}^{*(i)} = \eta C_{uvuv}^{(i)}$, for $v \in (1,2,3)$, with $\eta \approx 0$, otherwise

$$C_{ijkl}^{*(i)} = C_{ijkl}^{(i)} \left(\frac{\sigma_0(i)}{\sigma_{eq}(i)} \right) \quad (\text{with } \sigma_0(i) = \min_{\alpha} (\sigma^{\alpha} 0_i)).$$

The latter slow decrease with respect to the stress, of the moduli not directly affected by fracture represents a decrease proportional to $(1 - f_p^i)$,

where f_p^i is the porosity volume fraction in the particle. Since a fractured particle does not behave as a void, even for orthogonal fractures in two directions as observed in bulging, not all the particle moduli become infinitely small. From this modelling, void growth only results from the strain of the damaged “phases”, without additional parameters. Basic expressions for void opening result from the expression of the current V^ϕ volume of any bounded domain of initial (ellipsoidal) volume $V_0^\phi = (4\pi/3)a_{01}^\phi a_{02}^\phi a_{03}^\phi$, with a_{0i}^ϕ main axes:

$$V^\phi = (4\pi/3)a_1^\phi a_2^\phi a_3^\phi = V_0^\phi \exp^{\text{trace}(\boldsymbol{\epsilon}^\phi)} \quad (3).$$

This volume change is significant when the hydrostatic part of the strain of the domain type is not negligible, as it is the case for voids as well as for damaged particles, of infinitely low stiffness with respect to all directions or to the fractured direction(s) respectively. The domain shape changes are also given by the main strains in the domain, as:

$$a^i = a_0^i \exp^{(\epsilon_i^\phi)}, i \in (1,2,3) \quad (4)$$

The material overall volume being increased by voids, all “phase” volume fractions need to be renormalised, as $f^{*\phi} = \frac{f^\phi \exp^{\text{trace}(\boldsymbol{\epsilon}^\phi)}}{\sum_\phi f^\phi \exp^{\text{trace}(\boldsymbol{\epsilon}^\phi)}}$. The main damage parameter is the porosity or void

overall volume fraction. Damage anisotropy is described as shown in figure 1 in terms of three orthogonal void sections for each type of 3D void, which result in area fractions of porosity, DL, DT, DN, normal to the main (L,T,N) directions of the rolled sheets of the alloys. An average section

of a V^ϕ domain normal to a k direction can be written $s_k^\phi = \frac{V^\phi}{2a_k^\phi}$. For a porosity “phase”, such a

section is a void section, while for a “phase” of fractured particles, where V^ϕ contains particle pieces and voids, s_k^ϕ is only a void section with regard to the k direction(s) of fracture. Otherwise the void section is obtained in removing from s_k^ϕ , the section part corresponding to the particle volume present in V^ϕ . Area fractions of voids in a k direction are then obtained as the ratio of a $s_k^{p\phi}$ porosity section to some reference material section, S_k^M say. The D_k^ϕ directional damage parameters, related to a given ϕ (porosity or damaged particle) “phase” are then defined as

$D_k^\phi = \frac{s_k^{p\phi}}{S_k^M}$. For an initial isotropic V^M reference material volume, such S_k^M reference sections

can be taken equal to 1, $\forall k$. Experimental evidence allows to consider a shape-invariant reference material volume, due to, shortly speaking, inhomogeneous matrix strain and re-organization of nucleated voids. Note that since $s_1^\phi s_2^\phi s_3^\phi \equiv (V^\phi)^2 \equiv (f^\phi)^2$, the section of an

isotropic domain is proportional to $(f^\phi)^{2/3}$. In order to determine the directional damage parameters corresponding to several “phases”, one has to affect a reference material volume to each ϕ “phase”, what has been here done in proportion to their porosity volume fractions, say

$V^{M\phi} = \frac{f^{p\phi}}{\sum_{\phi} f^{p\phi}} V^M$. When all these domains are taken isotropic as $V^M = 1$, the individual

reference sections can be written $S^{M\phi} = \left(\frac{f^{p\phi}}{\sum_{\phi} f^{p\phi}} \right)^{2/3}$. The reference material section is then

$S^M = \sum_{\phi} S^{M\phi} = \sum_{\phi} \left(\frac{f^{p\phi}}{\sum_{\phi'} f^{p\phi'}} \right)^{2/3}$ and the area fractions of overall porosity finally takes the

form:

$$D_k = \frac{\sum_{\phi} s_k^{p\phi}}{S^M}, k \in (1,2,3) \text{ or } (L,N,T) \quad (4).$$

According to this modelling, all particles of a same (shape and stiffness) type currently carry a same, average, damage. Thus, the more detailed is the particle population in the alloy, the more precise the damage estimate will be.

Annexe 3.b (§ VI.2)

Loi de voce puissance sous forme intégrée

La loi écouissage voce-puissance isotrope définie par l'évolution du module d'écouissage en régime plastique, en faisant usage de la forme scalaire $d\Sigma_{equiv}=N.dE_{equiv}$, s'écrit :

$$\frac{d\Sigma_{equiv}}{dE_{equiv}} = H = H_0 \left(\frac{\Sigma_s - \Sigma_{equiv}}{\Sigma_s - \Sigma_0} \right)^N \quad \text{pour } \Sigma_{equiv} \geq \Sigma_0$$

Cette loi s'intègre pour :

$N > 1$

$$\frac{d\Sigma_{equiv}}{(\Sigma_s - \Sigma_{equiv})^N} = -(\Sigma_s - \Sigma_{equiv})^{-N} d(\Sigma_s - \Sigma_{equiv}) = H_0 (\Sigma_s - \Sigma_0)^{-N} dE_{equiv}$$

soit

$$\frac{1}{N-1} (\Sigma_s - \Sigma_{equiv})^{-(N-1)} = H_0 (\Sigma_s - \Sigma_0)^{-N} E_{equiv} + C, \quad C = \frac{1}{N-1} (\Sigma_s - \Sigma_0)^{-(N-1)}$$

$$H_0 (\Sigma_s - \Sigma_0)^{-N} E_{equiv} = \frac{1}{N-1} \left((\Sigma_s - \Sigma_{equiv})^{-(N-1)} - (\Sigma_s - \Sigma_0)^{-(N-1)} \right)$$

$$E_{equiv} = \frac{1}{N-1} \frac{(\Sigma_s - \Sigma_0)^N}{H_0} \left((\Sigma_s - \Sigma_{equiv})^{-(N-1)} - (\Sigma_s - \Sigma_0)^{-(N-1)} \right)$$

$$E_{equiv} = \frac{1}{N-1} \frac{\Sigma_s - \Sigma_0}{H_0} \left(\frac{(\Sigma_s - \Sigma_0)^{N-1} - (\Sigma_s - \Sigma_{equiv})^{N-1}}{(\Sigma_s - \Sigma_{equiv})^{N-1}} \right)$$

$$E_{equiv} = \frac{1}{N-1} \frac{\Sigma_s - \Sigma_0}{H_0} \left(\left(\frac{\Sigma_s - \Sigma_0}{\Sigma_s - \Sigma_{equiv}} \right)^{N-1} - 1 \right)$$

Pour $N=1$ on a la loi de Voce classique qui s'intègre en

$$\frac{d\Sigma_{equiv}}{\Sigma_s - \Sigma_{equiv}} = -d \ln(\Sigma_s - \Sigma_{equiv}) = \frac{H_0}{\Sigma_s - \Sigma_0} dE_{equiv}$$

$$\ln(\Sigma_s - \Sigma_{equiv}) = -\frac{H_0}{\Sigma_s - \Sigma_0} E_{equiv} + C, \quad C = \ln(\Sigma_s - \Sigma_0)$$

$$\ln \left(\frac{\Sigma_s - \Sigma_{equiv}}{\Sigma_s - \Sigma_0} \right) = -\frac{H_0}{\Sigma_s - \Sigma_0} E_{equiv} \rightarrow E_{equiv} = \frac{\Sigma_s - \Sigma_0}{H_0} \ln \left(\frac{\Sigma_s - \Sigma_0}{\Sigma_s - \Sigma_{equiv}} \right)$$

Annexe 3.c (§ VI.4.2)

Contraintes calculés dans les différentes phases :

Le composite (C), la particule saine (P), la particule cassée (D) et la matrice (M).

CAS L	E=0%,LD0=0%	E=3%, LD1=2%	E=10%,LD2=3.7%	E=27%,LD3=5%
SigEq (C)	267 MPa	420 MPa	533 MPa	605 MPa
Sig // (C)	267 MPa	420 MPa	533 MPa	605 MPa
Sig T (C)	0 MPa	0 MPa	0 MPa	0 MPa
SigEq (P)	300 MPa	900 MPa	1210 MPa	1290 MPa
Sig // (P)	292 MPa	747 MPa	1000 MPa	1112 MPa
Sig T (P)	-7 MPa	-150 MPa	-210 MPa	-210 MPa
SigEq (D)	50 MPa	235 MPa	286 MPa	241 MPa
Sig // (D)	0 MPa	0 MPa	0 MPa	0 MPa
Sig T (D)	-48 MPa	-230 MPa	-269 MPa	-216 MPa
SigEq (M)	264 MPa	377 MPa	490 MPa	591 MPa
Sig // (M)	265 MPa	398 MPa	524 MPa	642 MPa
Sig T (M)	1 MPa	21 MPa	32 MPa	39 MPa

CAS S	E=0%, LD0=0%	E=3%, LD1=3%	E=10%, LD2=3.3%	E=27%, LD3=6%
SigEq (C)	430 MPa	535 MPa	645 MPa	688 MPa
Sig // (C)	430 MPa	535 MPa	645 MPa	688 MPa
Sig T (C)	0 MPa	0 MPa	0 MPa	0 MPa
SigEq (P)	536 MPa	949 MPa	1256 MPa	1350 MPa
Sig // (P)	473 MPa	826 MPa	1067 MPa	1145 MPa
Sig T (P)	-14 MPa	-125 MPa	-187 MPa	-179 MPa
SigEq (D)	195 MPa	213 MPa	268 MPa	228 MPa
Sig // (D)	0 MPa	0 MPa	0 MPa	0 MPa
Sig T (D)	-75 MPa	-214 MPa	-270 MPa	-238 MPa
SigEq (M)	419 MPa	509 MPa	609 MPa	702 MPa
Sig // (M)	428 MPa	528 MPa	637 MPa	729 MPa
Sig T (M)	17 MPa	19 MPa	28 MPa	33 MPa

Références Bibliographiques

Abi-Nader, F., M.A. Borhan, et al. (1998). "High performance ceramics". The American university in Cairo, engineering department (<http://www.ciar.org/ttk/mbt/ceramics-327.html>).

Akhtar, F. (2008). "Microstructure evolution and wear properties of in situ synthesized TiB₂ and TiC reinforced steel matrix composites." Journal of Alloys and Compounds 459(1-2): 491-497.

Allain, S. and O. Bouaziz (2008). "Microstructure based modeling for the mechanical behavior of ferrite-pearlite steels suitable to capture isotropic and kinematic hardening." Materials Science and Engineering: A496(1-2): 329-336.

Anal, A., T. K. Bandyopadhyay, et al. (2006). "Synthesis and characterization of TiB₂-reinforced iron-based composites." Journal of Materials Processing Technology 172(1): 70-76.

Aouafi, A. (2009). "*Analyse et modélisation du comportement en chargement inversé d'aciers ferritiques et micro alliés : prise en compte de la taille de grains et des précipités dans les lois d'écroutissage mixte*". Thèse de l'université Paris XIII.

Arcelor Research Group. (2008). Brevet Patent EP 1 897 963 A1, Bulletin 2008/11; 2008. 20p.

Ayyar, A. and N. Chawla (2007). "Microstructure-based modeling of the influence of particle spatial distribution and fracture on crack growth in particle-reinforced composites." Acta Materialia 55(18): 6064-6073.

Babout, L. (2002). "*Etude par tomographie X et modélisation de l'endommagement de matériaux métalliques modèles*". Thèse de l'INSA Lyon.

Babout, L., Y. Brechet, et al. (2004). "On the competition between particle fracture and particle decohesion in metal matrix composites." Acta Materialia 52(15): 4517-4525.

Babout, L., E. Maire, et al.(2004). "Damage initiation in model metallic materials: X-ray tomography and modelling." Acta Materialia 52(8): 2475–2487.

Bacon, D. H., L. Edwards, et al.(2013). "Fatigue and fracture of a 316 stainless steel metal matrix composite reinforced with 25% titanium diboride." International Journal of Fatigue 48: 39–47.

Bandyopadhyay, T. K., S. Chatterjee, et al. (2004). "Synthesis and characterization of TiC–reinforced iron–based composites." Journal material science39: 5735 – 5742.

Bauschinger, J. (1881). "Ueber die Veränderung der Elastitatzgrenze und elasticitatzmodul verschiedener." Metal Civilling N.F.,27:289–348

Bouaziz, O., D. Barbier, et al.(2013). "An extension of the Kocks–Mecking model of work hardening to include kinematic hardening and its application to solutes in ferrite." Philosophical Magazine93(1–3): 247–255.

Bouvier, S., H. Haddadi, et al. (2006). "Simple shear tests: Experimental techniques and characterization of the plastic anisotropy of rolled sheets at large strains." Journal of Materials Processing Technology172(1): 96–103.

Brechet, Y., Embry, J. D., et al. (1991). "Damage initiation in metal matrix composites " Acta metall. mater. 39(8): 1781–1786.

Buffiere, J.–Y., E. Maire, et al.(1997). "Damage assessment in an Al/Sic composite during monotonic tensile tests using synchrotron X-ray microtomography." Materials Science and Engineering A: 633–635.

Buffière, J.–Y., E. Maire, et al. (1999). "Characetrisation of internal damage in a MMCp using X-Ray Synchrotron phase contrast microtomography." Acta materialia 47(5): 1613–1625.

Calcagnotto, M., D. Ponge, et al.(2010). "Effect of grain refinement to 1µm on strength and toughness of dual-phase steels." Materials Science and Engineering; A527(29–30): 7832–7840.

Calcagnotto, M., Y. Adachi, et al. (2011). "Deformation and fracture mechanisms in fine- and ultrafine-grained ferrite/martensite dual-phase steels and the effect of aging." Acta Materialia 59(2): 658–670.

Carmona, V. (2009). " *Etude de l'endommagement de matériaux composites par tomographie X et émission acoustique*". Thèse de l'INSA Lyon.

Carrere, N., R. Valle, et al.(2004). "Multiscale analysis of the transverse properties of Ti-based matrix composites reinforced by SiCfibres: from the grain scale to the macroscopic scale." International Journal of Plasticity 20(4–5): 783–810.

Cha, L., S. Lartigue–Korinek, et al. (2012). "Interface structure and chemistry in a novel steel-based composite Fe–TiB₂ obtained by eutectic solidification." Acta Materialia60(18): 6382–6389.

Chawla, N. and V. V. Ganesh (2010). "Fatigue crack growth of SiC particle reinforced metal matrix composites." International Journal of Fatigue 32(5): 856–863.

Cheloui, H., Z. Zhang, et al.(2011). "Microstructure and mechanical properties of TiB–TiB₂ ceramic matrix composites fabricated by spark plasma sintering." Materials Science and Engineering: A528(10–11): 3849–3853.

Cheng, S.-l., G.-c. Yang, et al.(2010). "Mechanical properties and fracture mechanisms of aluminum matrix composites reinforced by Al₉(Co, Ni)₂ intermetallics." Transactions of Nonferrous Metals Society of China 20(4): 572–576.

Corbin, S. F. and D. S. Wilkinson (1994). "Influence of matrix strength and damage accumulation on the mechanical response of a particulate metal matrix composite " Acta metall, mater.42: 1329–1335.

Corbin, S. F., D. S. Wilkinson et al. (1996). "The Bauschinger effect in a particulate reinforced Al alloy." Materials Science and Engineering. 207: 1–11.

Courleux, A. and M. Gaspérini (2007). "*Etude du comportement mécanique et de l'anisotropie plastique d'une nuance de composite Fe TiB₂ par essais de cisaillement simple monotones et inversés.* Rapport de fin de contrat CNRS – Arcelor Research DCU 390 N° C.07.038.

Da Silva, R. (1990). "*Comportement mécanique et endommagement de composites à matrice base Aluminium renforcée par des particules de Silicium*". Thèse de l'université Paris XII

Degnam, C. C. and P. H. Shipway (2002). "The Incorporation of Self-Propagating, High-Temperature Synthesis-Formed Fe–TiB₂ into Ferrous Melts." Metallurgical and materials transactions.33: 2973–2983.

Degnan, C. C. and P. H. Shipway (2002). "A comparison of the reciprocating sliding wear behaviour of steel based metal matrix composites processed from self-propagating high-temperature synthesised Fe–TiC and Fe–TiB₂ masteralloys." Wear 252: 832–841.

Dermarkar, S. (2012). "Matériaux composites à matrice métallique." Technique de l'ingénieur.

Deng, K., J. Shi, et al.(2012). "Microstructure and strengthening mechanism of bimodal size particle reinforced magnesium matrix composite." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 43(8): 1280–1284.

Doel, T. J. A. and P. Bowen (1996). "Tensile properties of particulate-reinforced metal matrix composites." Composites Part A 27A: 655–665.

Franciosi P. and S. Berbenni(2007). "*Heterogeneous crystal and polycrystal plasticity modeling from transformation phase analysis within a regularized Schmid flow law*". J. Mech. Phys. Solids, **55** (11), 2265–2299.

Franciosi, P., J.C. Grenier, et al. (2004). "*Modelling particle-induced damage during forming of aluminium alloys*. Aluminium." Int. Journal, 80 (6), 724-728.

Froyen, L. (1994). "*Aluminium Matrix Composites Materials*." TALAT Lecture 1402.

Ganesh, V. V. and N. Chawla (2005). "Effect of particle orientation anisotropy on the tensile behavior of metal matrix composites: experiments and microstructure-based simulation." Materials Science and Engineering; A 391(1-2): 342-353.

Ganguly, P., W. J. Poole, et al. (2001). "Deformation and fracture characteristics of AA6061-Al₂O₃ particle reinforced metal matrix composites at elevated temperatures." Scripta mater. 44: 1099-1105.

Gardey, B. (2005). "*Caractérisation multiéchelles du comportement plastique en grandes déformations à froid d'aciers à très haute limite d'élasticité Dual phase et TRIP*". Thèse université Paris XIII.

Gardey, B., S. Bouvier, et al. (2005). "Texture and dislocation structures observation in a dual-phase steel under strain-path changes at large deformation." Materials Science and Engineering; A 400: 136-141.

Gendre, L. (2011) "Matériaux composites et structures composites". Science de l'ingénieur http://www.si.enscachan.fr/accueil_V2.php?page=affiche_ressource&id=166

Gospodinova, M. (2013), "*Contribution à l'étude thermodynamique du système ternaire Fe-Ti-B du côté riche en Fe*". Thèse de l'université de Grenoble.

Grenier, J.C. (2004). "*Etude de l'endommagement pendant la mise en forme à froid de tôles d'aluminium*". Thèse de l'INSA Lyon.

Gür, C. H. (2003). "Investigation of microstructure-ultrasonic velocity relationship in SiCp-reinforced aluminium metal matrix composites." Materials Science and Engineering; A 361(1-2): 29-35.

Haddadi, H., S. Bouvier, et al. (2006). "Towards an accurate description of the anisotropic behaviour of sheet metals under large plastic deformations: modelling, numerical analysis and identification." International journal of plasticity 22 (12): 2226-2271.

Hadjem-Hamouche, Z., J. P. Chevalier, et al. (2012). "Deformation behavior and damage evaluation in a new titanium diboride (TiB₂)- steel based composite." Steel research international In Press <http://dx.doi.org/10.1002/srin.201100255>.

Hauert, A., A. Rossoll, et al. (2009). "Young's modulus of ceramic particle reinforced aluminium. Measurement by the Impulse Excitation Technique and confrontation with analytical models." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 40(4): 524-529.

- Huang, J.-h., Y.-l. Dong, et al.**(2007). "Investigation on reactive diffusion bonding of SiCp/6063 MMC by using mixed powders as interlayers." Journal of Materials Processing Technology190(1-3): 312-316.
- Ilo, S., C. Just, et al.** (2010). "Effects of interface formation kinetics on the microstructural properties of wear-resistant metal-matrix composites." Materials Science and Engineering: A527(23): 6378-6385.
- Jamaati, R., S. Amirkhanlou, et al.**(2011)."Effect of particle size on microstructure and mechanical properties of composites produced by ARB process."Materials Science and Engineering: A 528(4-5): 2143-2148.
- Kaczmar, J. W., K. Pietrzak, et al.**(2000). "The production and application of metal matrix composite materials." Journal of Materials Processing Technology 106: 58±67.
- Kaftelen, H., N. Ünlü, et al.** (2011). "Comparative processing-structure-property studies of Al-Cu matrix composites reinforced with TiC particulates." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 42(7): 812-824.
- Kalkanlı, A. and S. Yılmaz** (2008). "Synthesis and characterization of aluminum alloy 7075 reinforced with silicon carbide particulates." Materials & Design 29(4): 775-780.
- Kim, J.k and Y.w. Mai** (2000)." Comprehensive Composite Materials", volume3, pages117-138.
- Kim, C. T., J. K. Lee, et al.**(1990). "Plastic Relaxation of Thermoelastic Stress in Aluminum/Ceramic Composites." Metallurgical transactions21A: 673-682.
- Kouzeli, M., L. Weber, et al.** (2001). "Influence of damage on the tensile behavior of pure Aluminum reinforced with 40% vol. pct alumina particles". Acta materialia 49: 3699-3709.
- Ksaier,I.**(2012)."*Développement d'Outils de Traitement d'Images pour l'Analyse Quantitative de Composites Endommagés*." Rapport de stage Master 2, Université Paris XIII.
- Kumar, S., R. S. Panwar, et al.**(2013). "Effect of dual reinforced ceramic particles on high temperature tribological properties of aluminum composites." Ceramics International39(6): 6333-6342.
- Kumar, S. and V. Balasubramanian** (2010)."Effect of reinforcement size and volume fraction on the abrasive wear behaviour of AA7075 Al/SiCp P/M composites—A statistical analysis."Tribology International 43(1-2): 414-422.
- Kumar, S., M. Chakraborty, et al.**(2008). "Tensile and wear behaviour of in situ Al-7Si/TiB2 particulate composites." Wear 265(1-2): 134-142.
- Lakshmi S., L. Lu, et al.** (1998). "In situ preparation of TiB2 reinforced Al based composites." Journal of Materials Processing Technology 73: 160-166.

Lee a, J. H., D. Y. Maeng b, et al. (2003). "Predictions of cracking mode and hardening behavior of MMC via FEM." materials Science and Engineering: A 339: 175-.

Lee, J. C. and K. N. Subramanian (1995). "The tensile properties of hot-rolled (Al₂O₃)_p-Al composites." Materials Science and EngineeringA 196: 71 - 78.

Li, B., Y. Liu, et al.(2010). "Effect of sintering process on the microstructures and properties of in situ TiB₂-TiC reinforced steel matrix composites produced by spark plasma sintering." Journal of Materials Processing Technology 210(1): 91-95.

Li, J., B. Y. Zong, et al. (2010). "Experiment and modeling of mechanical properties on iron matrix composites reinforced by different types of ceramic particles." Materials Science and Engineering: A527(29-30): 7545-7551.

Li, Y., K. T. Ramesh, et al.(2004). "The mechanical response of an A359/SiC_p MMC and the A359 aluminum matrix to dynamic shearing deformations." Materials Science and Engineering: A 382(1-2): 162-170.

Ling , S., M. Gupta, et al.(1999). "The quasi-static response and fracture behavior of a thermomechanically processed aluminum alloy metal-matrix composite 1." Materials Letters 38: 254-259.

Liu, Y. L. (1996). "A study on flow stress of Al-SiC composites deformed in a large range of strain " Scripta Materialia 35: 253-259.

Liu, Y., B. Li, et al. (2010). "Effect of titanium on the ductilization of Fe-B alloys with high boron content." Materials Letters64(11): 1299-1301.

Llorca, J. (1995). "An analysis of the influence of reinforcement fracture on the strenght of discontinuously-reinforced metal matrix composites " Acta metall mater43(1): 181-192.

Lloyd, D. J. (1991). "Aspects of fracture in particulate reinforced metal matrix composites " Acta metall, mater.39: 59-71.

Luzuriaga, P. (2007). "*Influence des particules de TiB₂ sur la microstructure et les propriétés des alliages Al-Si7Mg0,7 et Al-Cu5MgTi renforcés, pour des applications de fonderie à la cire perdue avec des moules en plâtre.*" Thèse de l'université Bordeaux I.

Ma, C.X, J.K. Yu, et al.(2013)."Interfacial reactions and bending strength of SiC/A356/FeNi50composite fabricated by gas pressure infiltration." Transactions of Nonferrous Metals Society of China23(8): 2229-2235

Maire, E., C. Verdu, et al.(1995). " Study of the damage mechanisms in an OSPREY™ Al alloy-SiC_p composite by scanning electron microscope in situ tensile tests." Material Science and EngineeringA196:135-144.

Mariage, J. F. (2003). "*Simulation numérique de l'endommagement ductile en formage de pièces massives*". Thèse de l'université de Technologie de Troyes.

Martin, E. (2003). "Strain hardening behavior and temperature effect on Al-2124/SiCp." Journal of Materials Processing Technology 143-144: 1-4.

Massart, T. J. and T. Pardoen (2010). "Strain gradient plasticity analysis of the grain-size-dependent strength and ductility of polycrystals with evolving grain boundary confinement." Acta Materialia 58(17): 5768-5781.

Masson, R., M. Bornert, et al. (2000). *An affine formulation for the prediction of the effective properties of non linear composites and poly-crystals*. J. Mech. Phys. Solids, **48** (6/7), 1203-1227.

Mcdanels, D. L. (1985). "Analysis of Stress-Strain, Fracture, and Ductility Behavior of Aluminum Matrix Composites Containing Discontinuous Silicon Carbide Reinforcement." Metallurgical transactions A16: 1104-1115.

Mei, Z., Y. W. Yan, et al. (2003). "Effect of matrix composition on the microstructure of in situ synthesized TiC particulate reinforced iron-based composites." Materials Letters 57(21): 3175-3181.

Miller, W. S. and F. J. Humphereys (1991). "Strengthening mechanisms in particulate metal matrix composites" Scripta Metallurgica et materialia 25: 33-38.

Mocellin, A., R. Fougères, et al. (1993). "A study of damage under tensile loading in a new Al-Si-Fe alloy processed by the Osprey route." Journal of materials science 28: 4855-4861

Montheillet, F and F.Moussy(1986), physique et mécanique de l'endommagement, les Editions de Physique -255 pages.

Munro, R.G. (2000). "Material Properties of Titanium Diboride." Journal of Research of the National Institute of Standards and Technology 105: 709-720
(<http://www.ceramics.nist.gov/srd/summary/scdTiB2.htm>)

Nesterova, E. V., B. Bacroix, et al.(2001). "Microstructure and texture evolution under Strain-Path changes in Low-Carbon Interstitial-Free Steel." Metallurgical and materials transactions A 32A: 2527-2538.

Ottavi, L., J. M. Chaix, et al.(1992). "Thermodynamic Guidelines for the Liquid Phase Sintering of TiB₂Cermets." Solid State Phenomena 25-26: 543-550.

Okamoto, N. L., M. Kusakari, et al.(2010). "Anisotropic elastic constants and thermal expansivities in monocrystal CrB₂, TiB₂, and ZrB₂." Acta Materialia 58(1): 76-84.

Padmanabhan, R., B. J. MacDonald, et al. (2004). "Mechanical behaviour of SiC reinforced aluminium thin walled tube under combined axial and torsional loading." Journal of Materials Processing Technology 155-156: 1760-1763.

Pelleg, J. (1999). "Reactions in the matrix and interface of the Fe-SiC metal matrix composite system." Materials Science and Engineering A269: 225-241.

Peng, Z. and L. Fuguo (2010). "Effects of Particle Clustering on the Flow Behavior of SiC Particle Reinforced Al Metal Matrix Composites." Rare Metal Materials and Engineering 39(9): 1525-1531.

Ponte-Castaneda P. and J. R. Willis (1995). *The effect of spatial distribution on the effective behavior of composite materials and cracked media.* J. Mech. Phys. Solids, 43, 1919-1951.

Prangnell, P. B., T. Downes, et al. (1994). "The deformation of discontinuously reinforced MMC's-II. The elastic response." Acta metall, mater.42(10): 3437-3442.

Raghunath, C., M. S. Bhat, et al. (2005). "In situ technique for synthesizing Fe-TiC composites" Scripta Metallurgica et Materialia 32: 577-585.

Ramesh, C. S., S. Pramod, et al. (2011). "A study on microstructure and mechanical properties of Al 6061-TiB₂ in-situ composites." Materials Science and Engineering: A 528(12): 4125-4132.

Rapport 3DS (2001.) "Selection et identification des modèles élastoplastiques pour les matériaux utilisés dans les benchmarks rapport d'avancement 18 mois, contrat inter régional IMS "Digital Die Design Systems (3DS), IMS 1999 000051

Rauch, E.F. and C. G'Sell (1989). "Flow localization induced by a change in strain path in mild steel", Materials Science and Engineering A (111): 71-80

Roger, M., J. Lu, et al. (1993). "Etude du comportement et de l'endommagement des composites à matrice aluminium et à renforts particuliers." Colloque C7, supplément au Journal de Physique IV 3 :1867-1871.

Roy, S., J.-M. Gebert, et al. (2011). "Complete determination of elastic moduli of interpenetrating metal/ceramic composites using ultrasonic techniques and micromechanical modelling." Materials Science and Engineering: A 528(28): 8226-8235.

Schulz, E. and M. Gaspérini (2009). "*Caractérisation mécanique et microstructurale de trois nuances de composite Fe-TiB₂ à l'aide d'essais de cisaillement simple inversé.*" Rapport de fin de contrat CNRS, Arcelor Research DCU 445 – Contrat C.08.544.

Shen, Y.-L. and N. Chawla (2001). "On the correlation between hardness and tensile strength in particle reinforced metal matrix composites." Materials Science and Engineering A297: 44-47.

Singh, D. R. P., X. Deng, et al. (2010). "Residual stress characterization of Al/SiC nanoscale multilayers using X-ray synchrotron radiation." Thin Solid Films 519(2): 759–765.

Slipenyuk, A., V. Kuprin, et al. (2004). "The effect of matrix to reinforcement particle size ratio (PSR) on the microstructure and mechanical properties of a P/M processed AlCuMn/SiCp MMC." Materials Science and Engineering: A 381(1–2): 165–170.

Srivatsan, T. S. and V. K. Vasudevam (1998). "Cyclic plastic strain response and fracture behavior of 2080 aluminum alloy metal matrix composite." International Journal of Fatigue 20(3): 187–202.

Suresh, S., N. Shenbag, et al. (2012). "Aluminium–Titanium Diboride (Al–TiB₂) Metal Matrix Composites: Challenges and Opportunities." Procedia Engineering 38: 89–97.

Taya, M., K. E. Lulay, et al. (1990). "Bauschinger Effect in Particulate SiC–6061 Aluminum Composites." Materials Science and Engineering 124: 103–111.

Tee, K. L., L. Lu, et al. (2000). "Wear performance of in-situ Al–TiB composite." Wear 240: 59–64.

Thebaud, F. (1993). "*Vers l'introduction de l'endommagement dans la prévision globale du comportement de composites à matrice métallique*". Thèse de l'École Polytechnique Palaiseau.

Tjong, S. C. and K. C. Lau (1999). "Sliding wear of stainless steel matrix composite reinforced with TiB₂ particles." Materials Letters 41: 153–158.

Tjong S.C. and Y. Mai (2008). "Processing–structure–property aspects of particulate– and whisker–reinforced titanium matrix composites." Composites Science and Technology 68: 583–601

Tjong, S. C. and K. F. Tam (2006). "Mechanical and thermal expansion behavior of hiped aluminum–TiB₂ composites." Materials Chemistry and Physics 97(1): 91–97.

Tu, J. P., N. Y. Wang, et al. (2002). "Preparation and properties of TiB nanoparticle reinforced copper matrix composites by in situ processing." Materials Letters 52: 448–452.

Wang, X. J., K. Wu, et al. (2007). "Study on fracture behavior of particulate reinforced magnesium matrix composite using in situ SEM." Composites Science and Technology 67(11–12): 2253–2260.

Waśkowska, A., L. Gerward, et al. (2011). "Thermoelastic properties of ScB₂, TiB₂, YB₄ and HoB₄: Experimental and theoretical studies." Acta Materialia 59(12): 4886–4894.

Watson, I. G., M. F. Forster, et al. (2005). "Investigation of the clustering behaviour of titanium diboride particles in aluminium." Composites Part A: Applied Science and Manufacturing 36(9): 1177–1187.

Wauthier, A. (2008). "*Observation expérimentale et prévision des paramètres de déformation déterminants pour la genèse des textures cristallographiques lors de la recristallisation des tôles minces d'aciers à basse teneur en carbone*". Thèse de l'université Paris XIII

- Whitehouse, A. F. and T. W. Clyne** (1993). "Cavity formation during tensile straining of particulate and short fibre metal matrix composites " Acta metall, mater. 41(6): 1701-1711.
- Williams, J. J., Z. Flom, et al.** (2010). "Damage evolution in SiC particle reinforced Al alloy matrix composites by X-ray synchrotron tomography." ActaMaterialia 58(18): 6194-6205.
- Xu, W., M. Ferry, et al.**(2007)."Techniques for generating 3-D EBSD microstructures by FIB tomography."Materials Characterization 58(10): 961-967.
- Yang, N. and I. Sinclair** (2003). "Fatigue Crack Growth in a Particulate TiB₂-Reinforced Powder Metallurgy Iron-Based Composite." Metallurgical and materials transactions A34:2017-2024
- Yotte, S., D. Breyssea, et al.**(2001). "Cluster characterisation in a metal matrix composite" Materials Characterization.46: 211 - 219.
- Zhang, H., K. T. Ramesh, et al.** (2004). "High strain rate response of aluminum 6092/B4C composites."Materials Science and Engineering: A 384(1-2): 26-34.
- Zhang, S. L., Y. T. Zhao, et al.**(2010). "Effects of in situ TiB₂ particle on microstructures and mechanical properties of AZ91 alloy." Journal of Alloys and Compounds. 494(1-2): 94-97.
- Zhao, D., F. R. Tuler, et al.** (1994). "Fracture at elevated temperatures in a particule reinforced composite " Acta metall, mater. 42(7): 2525-2533.
- Zhong, L., M. Hojamberdiev, et al.** (2013). "Fabrication and microstructure of in situ vanadium carbide ceramic particulates-reinforced iron matrix composites." Ceramics International39(1): 731-736.

RÉSUMÉ

L'objectif principal de la thèse est d'analyser les mécanismes de plasticité et d'endommagement d'une nouvelle famille de composites à matrice acier Fe-TiB₂ afin de comprendre les liens microstructure/propriétés mécaniques et appliquer des modèles de comportement prenant en compte différents paramètres de la microstructure, et d'intérêt pour la mise en forme. L'étude porte sur des nuances de composites à teneur en particules fixée et différant par la taille de grain de la matrice.

La caractérisation expérimentale des microstructures et textures initiales par MEB/EBSD et DRX a permis d'analyser qualitativement et quantitativement les différents paramètres morphologiques des renforts et de la matrice.

L'effet de taille de grain de la matrice et des renforts sur l'écroutissage de ces composites a été étudié par essais de cisaillement simple monotone et inversés qui ont également permis de déterminer la part relative d'écroutissage cinématique des différents matériaux. L'application des résultats à une modélisation phénoménologique de l'écroutissage a permis de décrire le backstress des composites à partir de celui de la ferrite.

L'analyse de l'évolution microstructurale avec la déformation de cisaillement, ainsi que des essais de flexion in situ, ont identifié la rupture des particules comme mode d'endommagement prépondérant des composites Fe-TiB₂. L'endommagement dépend de la taille de grain de la matrice, de la taille des particules et du changement du trajet de chargement. Un modèle d'endommagement des matériaux hétérogènes a permis d'estimer les contraintes de rupture des particules sur la base des résultats expérimentaux disponibles.

DISCIPLINE : mécanique des matériaux

MOTS CLES: Composite à matrice métallique, Fe-TiB₂, endommagement, cisaillement simple, écroutissage

MICROSTRUCTURAL EVOLUTION, WORK HARDENING AND DAMAGE OF Fe-TiB₂ METAL MATRIX COMPOSITES UNDER MONOTONIC AND REVERSE LOADING

ABSTRACT

The aim of this work was the plasticity and damage mechanisms analysis of a new steel matrix composites Fe- TiB₂ family to establish the microstructure / mechanical properties relationships then interesting for metal forming simulations in respect with various microstructural parameters. The study was focused on composites with different matrix grain size and a given particle population. The experimental characterization of initial microstructures and textures with SEM/EBSD and XRD permitted the qualitative and quantitative analysis of different morphological parameters of reinforcements and the ferritic matrix.

The effect of matrix grain size and reinforcements on the composites hardening is studied based on monotonous and reverse simple shear tests which leads to determine the relative contribution of kinematic hardening. The application of a phenomenological modeling based on these results, has successfully describe the composite backstress evolution.

Analysis of the microstructural evolution with shear deformation and with four points bending situ tests has shown a sensitivity of Fe-TiB₂ damage to the matrix grain size, the particles size and to the strain-path change. A damage model of heterogeneous material has been then considered and provides the particles failure stress of on the basis of the available experimental results

