ECOLE DES MINES DE PARIS

Collège doctoral

N° attribué par la bibliothèque /__/__/__/__/__/__/__/__/__/

THESE

pour obtenir le grade de Docteur de l'Ecole Nationale Supérieure des Mines de Paris Spécialité Sciences et Génie des Matériaux

présentée et soutenue publiquement par

Rodolphe PARISOT

le 5 Avril 2001

MICROSTRUCTURE, DEFORMATION ET ENDOMMAGEMENT D'UN REVETEMENT DE ZINC SUR TOLE D'ACIER

Directeurs de thèse : André PINEAU Samuel FOREST

Jury

	D (
M. F. DELANNAY	Rapporteur	Université Catholique de Louvain
M. P. PILVIN	Rapporteur	Ecole Centrale de Paris
Mme B. BACROIX	Examinatrice	Université Paris XIII
M. P. DRILLET	Examinateur	IRSID
M. J. FOCT	Examinateur	Université des Sciences et Technologie de Lille
M. F. MONTHEILLET	Examinateur	Ecole des Mines de Saint-Etienne
M. J. WEGRIA	Examinateur	Université de Metz
M. X. DEMONET	Examinateur	Usinor
M. S. PINEAU	Examinateur	Ecole des Mines de Paris
M. A. FOREST	Examinateur	Ecole des Mines de Paris

Centre des Matériaux P.M. FOURT de l'Ecole des Mines de Paris, B.P. 87, 91003 EVRY Cedex En ce temps-là j'étais à peine en mon adolescence J'avais à peine seize ans et je ne me souvenais déjà plus de mon enfance J'étais à Moscou, dans la ville des mille et trois clochers et des sept gares Et je n'avais pas assez des sept gares et des mille et trois tours Car mon adolescence était alors si ardente et si folle Que mon coeur, tour à tour, brûlait comme le temple d'Éphèse ou comme la Place Rouge à Moscou Quand le soleil se couche. Et mes yeux éclairaient des voies anciennes. Et j'étais déjà si mauvais poète Que je ne savais pas aller jusqu'au bout.

Blaise Cendrars, La prose du Transsibérien et de la petite Jehanne de France, Du monde entier au coeur du monde, Denoël.

Dic nobis, Maria, quid vidisti in via?

Remerciements

Je tiens en tout premier lieu à remercier les membres du jury qui ont accepté de se pencher sur ce travail. Que Madame Bacroix et Messieurs Démonet, Drillet, Foct, Montheillet et Wegria trouvent ici mes remerciements les plus sincères. Bien sûr une pensée toute particulière va aux deux personnes qui ont accepté de rapporter sur ce travail : Monsieur Delannay et Monsieur Pilvin. Je garde un autre très bon souvenir de ce dernier : il fut mon tuteur de stage pendant ma troisième année de l'Ecole des Mines. Je me souviens de sa patience, de sa pédagogie et de sa gentillesse que j'ai pu retrouver lors de nos diverses discussions sur mon travail. Je lui porte une profonde estime et le remercie des ses enseignements.

Ce travail est le fruit d'une collaboration entre deux institutions que sont l'Ecole des Mines et le groupe Usinor. Tous les membres du jury ont souligné le climat de confiance qui se dégage entre ces deux protagonistes pour cette étude. Je ne peux que confirmer ces propos et remercier les membres du *Centre d'Études et de Développement* de Montataire. Mes pensées vont tout particulièrement à Jean-Michel Mataigne qui, entre le Fujiama et l'Alhambra, a toujours su trouver un instant pour étudier mon travail. Ses contributions furent toujours très justes et fécondes. Mes pensées vont aussi à Xavier Démonet qui fut l'artisan de cette confiance. Outre ses qualités scientifiques, j'aimerais souligner sa capacité d'écoute, son esprit d'ouverture et son respect des personnes. J'espère que nous aurons l'occasion de continuer à converser par la suite. Je remercie également Sandrine Abisset qui s'est toujours intéressée à ce travail malgré de nombreuses autres études. Enfin je remercie Didier Mareuse qui dirigeait les intérêts industriels de cette étude avant de découvrir les joies des tuyaux et de l'eau sous pression. Je lui souhaite beaucoup de réussite dans l'étude de l'hydroformage, voie de recherche très prometteuse.

Durant ces trois années, j'ai pu apprécier l'encadrement de deux personnes hors du commun : André Pineau et Samuel Forest. Tout le petit monde de la métallurgie mécanique connaît les très grandes qualités scientifiques et l'extraordinaire culture de Monsieur Pineau. Je voudrais ici également souligner ces qualités d'iconoclaste, ce qui est, à mes yeux, une qualité essentielle du chercheur-découvreur. Je ne dirai jamais assez combien j'ai apprécié de travailler avec Samuel Forest. Son esprit d'ouverture et sa rapidité de réflexion ne sont que les moindres de ses qualités. Il est avant tout extrêmement humain et chaleureux. Sa culture enfin est immense et enthousiaste. Combien de films "supers" et de livres "supers" aussi pourrions-nous encore commenter? Je le remercie aussi pour ses conseils photographiques qui visent à généraliser l'utilisation de la lumière polarisée ainsi que pour ses découvertes musicales atonales qui requierent juste de ne pas être cardiaque.

Enfin le centre des matériaux de l'Ecole des Mines, ce sont aussi de nombreuses personnes, très subtilement partagées en permanent et non-permanents et en aile C, aile centrale et aile B. Que chacun trouve ici un petit remerciement pour tous les services rendus, petits et grands. Je remercie bien entendu plus particulièrement la population du bocal où de nombreuses personnes sont devenues des amis. Je pense à Agathe, Nicolas, Gaëtan, Stéphane B., Luc, Benoît, Marie-Thérèse et Alba. Je remercie également tous les autres, "télévores" (et donc en voie de dégénérescence) ou non : tous les Sylvain, les Ginette, les Olivier, les René, les Michel, les Manu, et pour la petite histoire, les P(p)icassos et les Gérard de Nervaux. Que ceux que j'oublie me pardonnent. Enfin je remercie aussi Astrid dont le parcours très parallèle au mien fait un tour par la Lorraine. Je ne la suivrai pas en de tels terrains ! Mais je prends moi aussi mon envoll... avec deux ailes cette fois-ci.

Résumé

Les tôles d'acier galvanisées au trempé sont largement utilisées dans l'industrie automobile. Au cours des phases d'emboutissage, on constate parfois des pertes de revêtement de zinc qui, si elles n'ont pas d'incidences sur la protection cathodique du substrat ferritique, polluent les presses dont le nettoyage est long et coûteux. Au cours de ce travail, nous avons cherché à identifier les modes de déformation et d'endommagement qui sont préalables à toute perte de revêtement.

Les revêtements étudiés sont composés d'une couche de zinc monocristalline dans son épaisseur. Trois types de revêtements ont été étudiés : ils se différencient uniquement par leur microstructure. Le premier revêtement possède de gros grains ou grains "crêpes" qui ont une taille de $600\mu m$ dans le plan de la tôle pour une épaisseur de $10\mu m$. Le second revêtement est identique au premier mais avec de nombreuses petites macles introduites par l'opération de skin-pass (un laminage de faible amplitude sur la tôle déjà revêtue). Le troisième revêtement étudié possède des petits grains, toujours monocristallins dans l'épaisseur, mais avec une taille dans le plan de la tôle réduite à $40\mu m$. Ce dernier revêtement a été obtenu a l'aide d'un traitement thermique de recristallisation pratiqué après le skin-pass. En plus de ces trois revêtements, on a étudié la déformation d'un zinc massif de composition identique à celle des revêtements.

Les modes de déformation ont été systématiquemement analysés pour ces trois revêtements et ce pour des sollicitations de traction simple, de traction large et d'expansion équibiaxiale. Cette analyse repose sur une utilisation conjointe de l'EBSD (diffraction des électrons rétrodiffusés) et des moyens classiques de microscopie. Les résultats obtenus sont comparés avec ceux observés sur le zinc massif. Tandis que celui-ci se déforme par glissement basal, comme nous l'enseigne la bibliographie, les revêtements activent de nombreux systèmes de déformation et se déforment essentiellement par glissements non-basals et par maclage.

On montre que ce résultat surprenant n'est pas uniquement dû à la texture fortement basale des revêtements. A l'aide de modélisations multicristallines par éléments finis prenant en compte la microstructure des revêtements, on explique en particulier comment la présence du substrat implique l'activation de nombreux modes de déformation. L'effet de la multiaxialité du chargement est également étudié.

L'endommagement a été identifié. Parmi les nombreux mécanismes observés, on ne retient que celui qui met localement le substrat a nu : le clivage des grains de zinc. Apres avoir étudié les intéractions possibles entre les fissures de clivage et les macles apparues, on procède à une analyse quantitative de l'endommagement. L'influence de la microstructure sur la résistance à l'endommagement est alors démontrée. Un modèle d'endommagement est discuté. On souligne son intérêt lorsqu'il est couplé aux modélisations multicristallines, grâce aux perspectives offertes notamment en terme de description des intéractions avec le maclage.

Abstract

Hot–dip galvanized steel sheets are largely used, for instance in the automotive industry. During forming processes of these sheets, zinc coating is plastically deformed and eventually damaged. The aim of this work is to contribute to the understanding of the deformation and damage micromechanisms of zinc when the steel substrate is plastically deformed.

Studied galvanized sheets are made of very flat zinc grains, with only one grain through the thicknesss, on a comparatively small–grained ferritic steel. Three coatings have been studied : only their microstructures are different. The first one has some pancake-like grains with a grain size in the sheet plane of about $600\mu m$ for a thickness of only $10\mu m$. The second coating is identical to the first one but with many twins introduced by the rolling temper. The third coating, which remains monocristalline through the thickness, has a small grain size of only $40\mu m$ in the sheet plane. The last coating has been carried out performing a recrystallisation heat–treatment after the rolling temper. A chemically identical bulk polycristalline zinc material has been also studied.

Deformation modes have been systematically studied for these three microstructures, after tensile tests, plane stress tests and equibiaxial expansion tests. This analysis combines EBSD (Electron Back-Scattered Diffraction) and classical observation tools. Results are compared with those obtained on the chemically identical bulk zinc material. While bulk zinc exhibits a classical mechanical behavior, with basal slip essentially, coatings activate many deformation modes, preferentially pyramidal π_2 slip and twinning.

This unusual result is shown to be due to a substrate effect; basal texture is an unsufficient explanation. Using finite element calculations with a multicristalline description, the substrate is shown to imply activation of numerous deformation modes on the studied zinc coatings. The multiaxiality of the loading is studied as well.

Damage modes have been identified : attention was focused on cleavage. After studying the interactions between cleavage cracks and twins, a quantitative analysis of damage is achieved. The influence of the coating microstructure is clearly pointed out. A damage criterion for cleavage initiation is then discussed. Its interest is underlined when it is coupled with multicrystalline modellings, particulary for describing interactions between cleavage cracks and mechanical twins.

Tableau des notations

Notation [unité]	Signification	
$egin{array}{c} a[a] \ \underline{a}[\underline{a}] \ A[\underline{A}] \ A[\underline{A}] \ A[\underline{A}] \end{array}$	scalaire [unité de a] vecteur [unité de chacune des composantes de <u>a</u>] tenseur d'ordre 2 [unité de chacune des composantes de A_{\sim}] tenseur d'ordre 4 [unité de chacune des composantes de A_{\sim}]	
$ \begin{array}{l} \stackrel{a}{\cong} \stackrel{\otimes}{\cong} \stackrel{b}{\underline{b}} \\ \stackrel{A}{} : \stackrel{B}{\underbrace{B}} \\ \stackrel{J_1(\stackrel{A}{\underbrace{A}})[A_{ij}] \\ \stackrel{J_2(\stackrel{A}{\underbrace{A}})[A_{ij}^2] \\ \stackrel{J_3(\stackrel{A}{\underbrace{A}})[A_{ij}^3] \\ \stackrel{\sigma_x}{} T[\stackrel{\circ}{} K] \end{array} $	produit tensoriel $a_i b_j$ double contraction $A_{ij}B_{ij}$ premier invariant du tenseur A , $J_1(A) = Tr(A)$ second invariant du tenseur A , $J_2(A) = \frac{1}{2}Tr(A^2) = \frac{1}{2}A_{ij}A_{ij}$ troisième invariant du tenseur A , $J_3(A) = \frac{1}{3}Tr(A^3) = \frac{1}{3}A_{ij}A_{jk}A_{kl}$ écart-type de la variable x température	
T[K] $T_{f}[^{\circ}K]$ F[N] $S_{0}[mm^{2}]$ G[MPa] b[m] $K[MPa.s^{1/n}], n$	température température température de fusion force surface initiale module de cisaillement module du vecteur de Burgers <u>b</u> coefficients de viscosité associés à une loi d'écoulement plastique de ture Norton	
<i>p</i>	type Norton vitesse de déformation plastique cumulée, $\dot{p} = \sqrt{\frac{4}{3}J_2(\dot{\epsilon}^p)}$	
ϵ_{eq} $R_0[MPa]$	déformation plastique équivalente, $\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{4}{3}J_2(\varepsilon)}$ limite d'écoulement	
R[MPa]	limite d'élasticité	
$C^{S}[MPa]$ $c[MPa], d, M[MPa.s^{1/m}], m$	Coefficients d'évolution des variables d'écrouissage cinématique (contraintes internes)	
θ[°]	angle	
$\sigma_n[MPa]$	contrainte normale à un plan donné angle formé entre la direction de traction et un plan de glissement donné	
$\tau[MPa]$	contrainte de cisaillement	
$\tau^{s}[MPa]$	contrainte résolue sur le système de glissement s	
$\tau_c^s[MPa]$	contrainte resolue critique a partir de laquelle le glissement cristallographique a lieu sur le système de glissement s	
$\tau^{s}_{0c}[MPa]$	τ_c^s initale	
γ^{s}	quantité de glissement sur le système de glissement s	
$\dot{\gamma^s}[s^{-1}]$	vitesse de glissement sur le système de glissement s	
$\gamma_s[J.m^{-2}]$	énergie de surface	
Λ	operateur de Frank caracteristique d'un rapport c/a pour les hexagonaux compacts (cf. Annexe A-I)	

[<i>uvt</i>]	direction cristallographique
< <i>uvt</i> >	famille de directions cristallographiques
(hkl)	plan cristallographique
$\{hkl\}$	familles de plans cristallographiques
$[uvtw]_4, < uvtw >_4$	directions cristallographiques dans l'espace de Frank (cf. Annexe A-I)
$(hkil)_4, \{hkil\}_4$	plans cristallographiques dans l'espace de Frank (cf. Annexe A-I)
$\underline{m}^{s}, \underline{n}^{s}$	respectivement direction de glissement et normale au plan de glissement
0.9	du système s
\mathcal{B}^{s}	variable d'accommodation interphase d'un grain g du modèle de
_	polycristal en β [Pilvin, 1990]
$\overset{B}{\sim}$	moyenne des β_{\sim}°
$\sum_{n=1}^{\infty} [M_{n}^{Pa}]$	tenseur des contraintes macroscopiques
E_{\sim}	tenseur des déformations macroscopiques
$\tilde{E}^{e}_{\tilde{c}}$	partie élastique de la déformation macroscopique
$E^{(v)p}$	partie (visco)plastique de la déformation macroscopique
$\mathfrak{G}^{g}[M \mathfrak{P} a]$	tenseur des contraintes microscopiques dans un grain g
۶ ⁸	tenseur des déformations microscopiques dans un grain g
e ^g	partie élastique de la déformation microscopique dans un grain g
$\mathfrak{E}^{g^{(v)p}}$	partie (visco)plastique de la déformation microscopique dans un grain
	8
$\dot{a}, \dot{\underline{a}}, \overset{A}{\sim}$	dérivée par rapport au temps resp. d'un scalaire, d'un vecteur, d'un tenseur d'ordre 2
$\dot{E}[s^{-1}]$	tenseur des vitesses de déformations macroscopiques
$\dot{\mathbf{g}}^{g}[s_{\sim}^{-1}]$	tenseur des vitesses de déformations microscopiques d'un grain g
$\dot{\boldsymbol{\varepsilon}}^{g^{(\nu)p}}_{\boldsymbol{\varepsilon}}[\boldsymbol{s}^{-1}_{\boldsymbol{\varepsilon}}]$	partie (visco)plastique de la vitesse de déformation microscopique dans un grain g
$h_{rs} = h_s^r$	matrice d'écrouissage décrivant l'interaction entre les dislocations des
12 2	différents systèmes de glissement. h_s^r est l'interaction entre les systèmes
	s et r
$\widetilde{C}[GPa]$	tenseur des modules d'élasticité
\widetilde{H}	tenseur de Hill pour critère de plasticité orthotrope
(ϕ_1, Φ, ϕ_2)	triplet d'angles d'Euler au sens de Bunge (cf. Annexe A-IV)
(RD, TD, ND)	repère associé à la tôle : Rolling Direction, Transverse Direction et
	Normal Direction



FIG. 1 – Triangles standards, en couleurs et en noir et blanc, associés aux cartographies EBSD réalisées sur du zinc (cristallographie hexagonale compacte) dans ce manuscrit

Table des matières

Ι	Contexte industriel – Démarche	19
I.1	Problématique	19
I.2	Un peu d'histoire et de curiosité	19
	I.2.1 L'âge de zinc	19
	I.2.2 L'industrie du zinc	22
	I.2.3 Combien ça coûte	22
I.3	Matériaux étudiés : aspect industriel	23
	I.3.1 Les procédés	23
	I.3.2 Les produits	23
I.4	De la microstructure à la démarche de l'étude	25
П	Bibliographie – Du monocristal de zinc au revêtement	27
II.1	Le monocristal de zinc	28
	II.1.1 Cristallographie et modes de déformation du zinc	28
	II.1.2 Concentrations de contraintes dues aux macles	35
	II.1.3 Macles et fissures	37
II.2	Comportement mécanique du zinc allié : mise en équation	39
	II.2.1 Anisotropie élastique du zinc	39
	IL2.2 Identification des cissions critiques de cisaillement	39
	II 2.3 Effet de durcissement structural	41
	II 2.4 Identification de la matrice d'écrouissage	41
	II 2.5 Identification de la viscosité du zinc	46
	II 2.6 De la nécessité de nouveaux essais effectués au laboratoire	47
П 3	Le zinc polycristallin	47
11.5	II 3.1 Les textures de laminage du zinc polycristallin	47
	II 3.2 Les modes de déformation	49
пΛ	Les revêtements de zinc sur tâles galvanisées	50
11.7	II 4 1 Métallurgie et cristallographie des revêtements de zinc	50
	II.4.1 IVerandigie et enstanographie des revetenents de zine II.4.2 Comportement & Endommagement des tôles revêtues de zinc	51
ш	Matériaux et méthodes expérimentales	55
	Méthodes expérimentales	56
	III 1.1 Caractérisation microstructurale	56
	III 12 Essais mécaniques	59
	III 1.3 L'identification des modes de déformation	59
ша	Matériaux étudiés	62
111.2	III 2.1 Substrat	62
	III.2.1 Bubbinat :	70
	III.2.2 Revelements de Zine	76
		70
IV	Le zinc "revêtement" à l'état massif	91
1 V. I	W11 Traction simple	92
	Iv.1.1 Ifaction simple IV.1.2 Traction large	92
	1v.1.2 raction large	94
	IV.1.3 Expansion equibiaxiale	- 94

IV.2	Comportement macroscopique	103 103 108 108 109
V C V.1 V.2 V.3	Avant-propos : joints de grains et interface	121 122 122 130 130 144 144 146 146 150 153
VI (VI.1	Comportement des revêtements sous chargement multiaxial Modes de déformation en traction large VI.1.1 Revêtement non <i>skin–passé</i> , NSK VI.1.2 Revêtement <i>skin–passé</i> + traitement thermique SKTT	159 160 160 160
VI.2	VI.1.2 Revetement skin-passé + traitement inernique, SKTT Cas de l'expansion équibiaxiale	163 163 163
VII VII.1 VII.2 VII.3 VII.4	Endommagement du zinc revêtement Apparition de l'endommagement Evolution de l'endommagement et du maclage – Analyse qualitative Quantification de l'endommagement Influence d'une couche d'oxyde sur l'endommagement	167 168 168 176 187
VIII VIII.1	Modélisation et discussion De la modélisation multicristalline au modèle simplifié VIII.1.1 Modélisation type Taylor du comportement mécanique du revêtement NSK : comparaison avec les triangles standards expérimentaux	195 196 196
VIII.2	VIII.1.2 Modélisation du comportement mécanique des autres revêtements et du zinc massif Apports supplémentaires de la modélisation multicristalline	197 197 197 202
VIII.3 VIII.4	Modélisation de l'endommagement – Elaboration d'un critère de clivage	204 211 216 216 217
IX (IX.1	Conclusion et perspectives Conclusion	 219 219 219 219 220 220
A-I	Indexation de Frank	223

A-II	Le maclage du zinc	227
A-II.1	Pour une meilleure compréhension du maclage	227
	A-II.1.1 Description physique du maclage	227
	A-II.1.2 L'indexation de Frank	228
	A-II.1.3 Le maclage par le cisaillement	230
	A-II.1.4 Le maclage comme rotation de réseau	231
	A-II.1.5 Le shuffle	233
A-II.2	Effets du maclage	235
	A-II.2.1 Interaction dislocations-macles	235
	A-II.2.2 Concentrations de contraintes dues aux macles	237
	A-II.2.3 Macles et fissures	239
A-III	Systèmes de glissement et de maclage	245
A-III.1	Nomenclature des systèmes	245
A-III.2	Systèmes de glissement	245
A-III.3	Systèmes de maclage	245
A-IV	EBSD – Diffraction des Electrons Retrodiffusés	249
A-IV.1	Principe	249
A-IV.2	Caractéristiques de l'appareillage utilisé	249
A-IV.3	Traitement de l'information	250
A-V	Identification des modes de déformation	253
A-V.1	Identification de tous les modes de déformation	253
A-V.2	Cas du maclage	254

TABLE DES MATIÈRES

Chapitre -I-

Contexte industriel – Démarche

I.1 Problématique

Les tôles d'acier galvanisées sont largement utilisées dans diverses industries telles que le bâtiment, l'emballage, l'automobile : les tôles qui servent de support à cette étude sont destinées à cette dernière (figure I.1). Avec l'augmentation des garanties contre la corrosion des modèles automobiles proposés à l'heure actuelle, le bon comportement des revêtements de zinc déposés à cet effet devient un enjeu majeur des sidérurgistes, enjeu qui se chiffre en milliards de dollars comme le montre la figure I.2 (1000 US\$ la tonne de zinc et un marché qui se situe aux environs de 10 000 000 tonnes de zinc par an) : la galvanisation des tôles d'acier est aujourd'hui, et de loin, le premier secteur d'utilisation du zinc (figure I.3). Or si on connaît bien la structure des revêtements obtenus par électrogalvanisation ou par trempé des tôles d'acier dans un bain de zinc, on connaît encore mal les modes de déformation et d'endommagement qui mènent aux défauts répertoriés sous les noms de *poudrage* et d'*écaillage* par les emboutisseurs.

Ces deux termes de "défectologie" rendent compte d'une réelle et substantielle perte de zinc lors de la mise en forme des tôles par les emboutisseurs. Le zinc doit tout à la fois tenir mécaniquement sur les tôles d'acier et être suffisamment mou pour "graisser" les outils lors des opérations de mise en forme. Une perte trop importante de zinc lors de ces opérations, si elle n'a pas d'incidence sur les propriétés anti-corrosives du zinc (propriétés chimiques qui acceptent un "saut" de revêtement de zinc sur la surface protégée) peut par contre polluer les presses à emboutir, outils chers (plusieurs millions de francs) et dont le nettoyage constitue une opération longue et coûteuse.

La compréhension du comportement mécanique et de l'endommagement de la couche de zinc déposée constitue donc une étude préalable à toute investigation vers le poudrage et l'écaillage. En particulier on cherchera à comprendre l'influence de la microstructure des tôles étudiées (la tôle de l'étude est schématisée sur la figure I.4) ainsi que le rôle du substrat en acier sur les modes de déformation. Le partie I.3 de ce chapitre revient plus longuement sur la microstructure des revêtements de zinc étudiés pour ce travail : on y comprend pourquoi, par la suite, on s'intéresse de près au comportement du zinc monocristallin et comment on compte passer de ce comportement mécanique à celui des grains de zinc qui forment le revêtement, et ce en tenant compte des effets qu'implique la présence d'un substrat.

I.2 Un peu d'histoire et de curiosité

Cette partie, qui se veut un embryon de culture générale sur le zinc, s'appuie sur les références [Duchaussoy, 1965, I.Z.A., 2000].

I.2.1 L'âge de zinc

Bien avant que le zinc ne soit identifié en tant que métal nouveau, il fut utilisé par les anciens comme élément rentrant dans la fabrication du laiton. Le métal ainsi obtenu était fort apprécié pour sa ressemblance avec l'or; déjà



FIG. I.1 – Répartition par secteurs de l'utilisation du zinc



FIG. I.2 – Production et consommation du zinc en milliers de tonnes. Prix de la tonne de zinc au cours des dernières années



First-Use

FIG. I.3 – Répartition par produits de l'utilisation du zinc





l'ancien testament en fait état.

C'est un processus continu qui va amener l'humanité à considérer le zinc en tant qu'entité métallique nouvelle. En 1374, l'indien Rasaratnassamuchchaya l'identifie en tant que tel; c'est le huitième métal connu par l'homme. Auparavant on atteste de son utilisation en Perse (sous forme de zinc vitriol appelé *tutia* qui permet de guérir des inflammations occulaires (*tutty* oxyde de zinc en anglais)), à Chypre, ainsi qu'en Inde bien sûr. A partir de 1600, la Chine développe ce que l'on peut appeler une industrie du zinc avec une normalisation de sa fabrication. La Chine exporte du zinc à partir de la fin du 17^e siècle.

En Europe, malgré une utilisation intensive du laiton, on ne parle pas de métal nouveau avant l'année 1546 où Georgius Agricola identifie le métal blanc qui se condense sur les parois des fours à laiton, que l'on appelle "contrefey" ou "zincum" qu'un polonais du nom de Paracelse a été le premier européen à reconnaître. Le nom de zinc pourraît venir du perse *sing* qui signifie *pierre* ou plus prosaïquement de l'allemand *Zinke* qui signifie *fourche, excroissance*, terme qui serait inspiré de la forme dentelée très marquée des dendrites de zinc.

I.2.2 L'industrie du zinc

A partir du 18^e siècle, Andreas Marggraf, un suédois, réalise un travail important de synthèse sur la fabrication du zinc à partir de minerais de divers horizons géographiques. Ce travail sera le tremplin pour une industrialisation importante du zinc, notamment en Angleterre où l'on adapte la forme des fours pour satisfaire une productivité qui croît très rapidement. C'est dans ce pays que la première usine productrice de zinc au monde voit le jour, à Bristol en 1740. Dans le monde, on passe de 200 tonnes par an à la fin du 18^e siècle à 737 500 tonnes pour l'année 1907. Entre temps l'Allemagne et la Belgique ont à leur tour pris le train en marche : *La Vieille Montagne* est créée en 1810 par Jean–Jacques Daniel Dony et devient quelques années plus tard la première société productrice de zinc au monde.

La production de zinc connaît un nouvel essor avec la découverte des propriétés anti-corrosives du zinc. C'est en France que le premier procédé de galvanisation est mis au point, en 1836; il ne trouvera cependant aucune application industrielle avant que l'on maîtrise de manière satisfaisante le décapage des aciers. Ce sont les Etats– unis qui les premiers réalisent la galvanisation par trempé en continu sur des produits semis-finis et des fils. Grâce à cet essor, ils deviennent en 1907, le premier pays producteur de zinc au monde.

C'est à partir de cette période que l'usage de l'acier galvanisé se généralise ; quelques années trop tard pour un certain Gustave Eiffel qui a déjà réalisé le monument qui le rendra célèbre dans le monde entier.

Aujourd'hui on produit 9 millions de tonnes de zinc et les principaux pays producteurs de zinc sont la Chine, le Canada, l'Australie, le Pérou, les Etats-unis. Les principales réserves sont au Canada, en Australie, au Etatsunis, en Inde et en Russie. Les applications sont l'automobile, le bâtiment, l'électronique mais aussi l'habillement, l'alimentation animale, la peinture, la pharmacie.

I.2.3 Combien ça coûte...

Depuis sa réalisation en 1889, la tour Eiffel a été rajeunie tous les 7 ans. On a déjà réalisé 17 interventions sur l'emblème parisien par excellence, en 111 ans. Et quelles interventions ! 14 mois, 60 tonnes de peintures, 25 peintres–acrobates, 200 000 m^2 de surface à peindre.

Combien aurions-nous économisé si la tour Eiffel avait été réalisée en acier galvanisé? Un corrosioniste allemand estime qu'au lieu des 17 interventions réalisées, seulement 7 auraient été nécessaires. L'économie ainsi réalisée est estimée à 10 millions de dollars, soit 50% du prix de la construction de la tour !

De manière plus générale, on rappelle que le prix de la corrosion est estimé à 4% du PIB dans les pays industrialisés.

Paris est un bon exemple : les toits de zinc sont une caractéristique de la ville lumière, caractéristique que l'on doit au Baron Haussmann et qui est institutionnalisée par un décret préfectoral du 25 juillet 1862.

Outre le résultat que l'on connaît sur la beauté de la luminosité parisienne, beauté qui fut immortalisée par les peintres impressionistes, on connaît des pièces qui ont tenu pendant plus de cent ans ! Aujourd'hui l'alliage de zinc qui est utilisé est enrichi en cuivre et en titane de manière à améliorer ses propriétés physiques, entre autres chose sa température de transition ductile/fragile, à peine en dessous de zéro degré celsius, à laquelle on doit de nombreux accidents de couvreurs. Malheureusement les émissions actuelles de SO_2 réduisent très largement la durée de vie du zinc et l'on ne voit pas dans l'immédiat de correction de ce phénomène.

I.3 Matériaux étudiés : aspect industriel

Il existe deux grandes classes de procédés de galvanisation : la galvanisation au trempé de pièces finies ainsi que la galvanisation en continu de tôles d'acier (figure I.5). La galvanisation en continu présente l'avantage d'être réalisée en ligne, intégrée dans un process complexe de traitement des tôles où les coûts sont maîtrisés. Usinor est le premier producteur mondial de tôles galvanisées dans le monde ; près d'une voiture sur trois est réalisée avec des aciers Usinor en Europe et près d'une sur dix dans le monde.

I.3.1 Les procédés

En ce qui concerne la galvanisation au trempé, la préparation de l'acier est une étape essentielle de la galvanisation : les pièces doivent être dégraissées (dans un bain alcalin à 70 °C comprenant des détergents) puis décapées. Ce décapage peut se faire par voie humide (immersion dans de l'acide chlorhydrique ou sulfurique contenant un inhibiteur) ou par voie sèche (sablage ou grenaillage). L'étape suivante, le fluxage, consiste à plonger les pièces dans une solution concentrée de "flux" (chlorure de zinc et chlorure d'ammonium) dont la décomposition à la température de la galvanisation produit du gaz chlorhydrique permettant de décaper les oxydes de fer et de zinc. Les pièces sont alors trempées dans le bain de zinc : on obtient des revêtements épais (>100 μ m) et fragiles. Les durées d'immersion (4 à 12mn) et les vitesses d'émersion (0,5 à 2m.mn⁻¹) définissent respectivement l'épaisseur de revêtement formé et la quantité de zinc emportée. La température du bain est d'environ 450 °C. Les bains de zinc sont en général alliés à d'autres éléments en faible quantité : plomb, aluminium, étain, nickel, ... Ces éléments sont destinés d'une part à maîtriser la croissance des alliages Fe-Zn qui se développent pendant l'immersion, et d'autre part à contrôler la taille des grains de zinc après la solidification [Marder, 2000, Béranger et al., 1994].

La galvanisation en continu se fait à partir de bobines d'acier laminé à froid (épaisseurs fines) ou laminé à chaud (fortes épaisseurs). Les bandes laminées à froid (LAF) sont alors recuites en ligne à une température d'environ 800°C, tandis que les bandes laminées à chaud (LAC) sont portées à température. Elles passent ensuite dans le bain de zinc, sont refroidies puis subissent l'opération de *skin–pass*. Avant d'être plongées dans le bain de zinc, les tôles d'acier sont dégraissées (solution alcaline) puis brossées (élimination des résidus organiques, issus des huiles de laminage, et des petites particules riches en fer). Sous atmosphère réductrice, la bande subit alors un recuit de recristallisation. Elle est ensuite refroidie puis immergée dans le bain de zinc pendant environ 4s. Ces deux opérations sont effectuées sous atmosphère protectrice ; le bain de zinc est à 460 °C et contient de faibles additions d'aluminium (0,12 à 0,23% d'Al en masse). Lors de son émersion, le zinc est encore liquide : il est alors essoré entre deux couteaux d'air ou d'azote. Cette opération fixe l'épaisseur du revêtement. Sur la bande montante, on peut pratiquer des opérations de recuit des composés Fe-Zn : c'est le principe des revêtements dits "galvannealing". Une fois refroidie, la bande subit un léger laminage à froid : il s'agit de l'opération dite de *skin–pass* sur laquelle nous reviendrons par la suite. On peut alors pratiquer d'autres opérations suivant la destination du produit tels que la chromatation ou le huilage.

- Le bain de zinc est légèrement enrichi en aluminium. A cela plusieurs raisons :
- L'aluminium permet d'éviter la formation des couches fragiles de composés Fe-Zn, [Leprêtre, 1996].
- Au fur et à mesure de son utilisation, le bain de zinc se sature en fer. En l'absence d'aluminium (<0,13%), le fer forme avec le zinc des composés, plus denses que le zinc, qui s'accumulent au fond du bain jusqu'à géner le passage de la bande. En présence d'aluminium, le fer forme avec l'aluminium des composés moins denses que le zinc qu'il est possible d'écrémer à la main.

I.3.2 Les produits

Comme le montre la figure I.5 l'utilisation des produits galvanisés en continu augmente de façon constante : l'industrie automobile en est largement responsable. Nous allons à présent nous concentrer sur cette industrie.

Les différentes tôles galvanisées pour l'automobile sont :

- Les produits revêtus de zinc pur (Extragal) : c'est le produit de base de la famille des tôles galvanisées. Son développement répond d'abord au souci de garantir des tenues à la corrosion suffisantes aux assemblages de tôles. Ce revêtement est obtenu dans des bains contenant environ 0,2% d'aluminium, ce qui permet d'éviter la formation des composés Fe-Zn fragiles. Ce revêtement est donc constitué d'une fine couche d'un composé intermétallique riche en aluminium à l'interface avec la ferrite, et de zinc dans la quasi totalité de son épaisseur. Ce revêtement est donc particulièrement déformable. Les deux limitations majeures de ce revêtement sont d'une part le fort coefficient de frottement du zinc qui peut entraîner un écaillage du revêtement lors de l'emboutissage, d'autre part la réaction qui a lieu avec les électrodes de cuivre lors des



FIG. I.5 - Dans une usine de galvanisation et nombre d'usines dans le monde

I.4. DE LA MICROSTRUCTURE À LA DÉMARCHE DE L'ÉTUDE

opérations de soudage (le zinc et le cuivre forment alors du laiton). Cela a pour effet de diminuer la durée de vie des électrodes. **C'est ce revêtement qui est le matériau d'étude de ce travail**

- Les produits galvanisés alliés (Galvannealed) : ces produits sont obtenus par recuit après l'essorage en ligne. La teneur en aluminium des bains n'est plus que de 0,13%. Le recuit à 500 °C se fait pendant 20s. Cette "alliation", c'est-à-dire l'interdiffusion réactive entre le fer et le zinc, est toujours réalisée jusqu'à la disparition complète de la phase η -Zn (i.e. la phase hexagonale "classique" de zinc). Le revêtement est alors constitué de strates des composés intermétalliques Fe-Zn (les phases ζ , $FeZn_{13}$ (symétrie cristallographique monoclinique), δ , $FeZn_{10}$ (symétrie cristallographique hexagonale), Γ_1 , Fe_5Zn_{21} (symétrie cristallographique cubique faces centr'ees) et Γ , Fe_3Zn_{10} (symétrie cristallographique cubique centrée)). Les réactions de galvanisation ont été résumées par Guttmann [Guttmann, 1994]. L'absence de la phase η -Zn permet de limiter le problème de laitonnage des électrodes. Ces revêtements présentent aussi deux autres avantages pour des applications automobiles : une meilleure adhérence de la peinture et une meilleure résistance à la corrosion cosmétique (délamination de la peinture sous l'effet de la corrosion du zinc au voisinage d'une blessure) et ce en raison de la moindre différence de potentiel entre le revêtement et l'acier. Il présente cependant un inconvénient important : du fait de la fragilité des phases Fe-Zn, on assiste au poudrage du revêtement lors des phases de mise en forme. Cette caractéristique peut être minimisée par un bon contrôle de la microstructure lors de l'alliation.

On peut encore citer d'autres produits tels que le Galflex et le Galfan. Ces produits sont destinés à l'industrie du bâtiment (garantie anti-corrosion de 20 ans) et à l'équipement. Ils ont des teneurs en aluminium plus importantes : 1% pour le Galflex et 5% pour le Galfan, ceci dans un but de passivation des tranches de ces tôles mises à nu lors du cisaillage.

I.4 De la microstructure à la démarche de l'étude

La figure I.6 montre combien les grains de zinc des tôles étudiées dans ce travail (type Extragal) possèdent une microstructure particulière. D'après la figure I.6 (a) les grains apparaîssent très étalés dans la plan de la tôle avec une structure dendritique très marquée. La figure I.6 (b) montre que le revêtement de zinc est monocristallin dans l'épaisseur. Enfin la figure I.6 (c) issu des travaux de Leprêtre [Leprêtre, 1996] montre la structure de la couche intermétallique à l'interface acier/zinc : plusieurs cristaux de taille inférieure au micron qui forment une couche quasi continue.

Cette microstructure très caractéristique des revêtements que nous avons étudiés, a guidé notre étude suivant une démarche qui vise à rendre compte de ses effets. C'est en particulier le cas pour l'aspect multicristallin des revêtements. Le multicristal se situe entre le monocristal et le polycristal : ce sont "plusieurs monocristaux les uns à côté des autres". Il s'agit de considérer chaque grain comme un monocristal et de le considérer dans un environnement, c'est-à-dire avec des voisins qui eux-mêmes sont des monocristaux : les interactions entre ces grains constituent un pan essentiel d'une telle approche.

On va donc, dans un premier temps, s'intéresser au comportement mécanique du monocristal de zinc. Ce comportement sera identifié à partir des données issues de la littérature, relatives au zinc pur et légèrement allié. La diversité des sources ainsi que leur relative imprécision nous poussent cependant à identifier le comportement du monocristal de zinc faiblement allié à partir de nos propres essais : on introduit le zinc massif de composition identique à celle des revêtements. Ce zinc massif, coulé au laboratoire du CED de SOLLAC Montataire, va nous permettre d'obtenir une loi de comportement du monocristal de zinc selon une identification par approche inverse. Il va nous permettre également de mieux comprendre les effets du substrat sur les modes de déformation des revêtements en réalisant une étude expérimentale parallèle des modes de déformation du zinc massif et du zinc revêtement. Cette étude sera réalisée sur une large gamme d'essais mécaniques : de la traction simple à l'expansion équibiaxiale. On aura ainsi une idée plus large de ce qui peut se passer dans la presse à emboutir notamment en terme d'endommagement, celui–ci apparaissant, tel que nous le définirons, pour des sollicitations biaxiales.

Toutes ces données vont nous permettre de dégager des perspectives tant scientifiques sur l'étude du comportement mécanique des revêtements ductiles, qu'industrielles pour une amélioration du produit étudié.



FIG. I.6 – *Grains de zinc où apparaîssent les dendrites de solidification : (a) vue dans plan de la tôle – (b) vue en coupe – (c) couche intermétallique Fe*₂Al₅, issu de [Leprêtre, 1996]

Chapitre -II-

Bibliographie – Du monocristal de zinc au revêtement

Ce chapitre constitue une large revue bibliographique du zinc dans tous ses états : après avoir étudié le monocristal de zinc légérement enrichi en aluminium et en fer, on s'intéresse au comportement du polycristal de zinc obtenu par laminage. Cette transition est une conséquence de l'analyse de la partie I.4 qui explique la démarche adoptée dans cette étude. Enfin dans un troisième temps, nous nous intéressons à la bibliographie relative aux revêtements de zinc des tôles d'acier galvanisées en continu. Dans ce chapitre, nous identifions la loi de comportement du monocristal de zinc à partir des données disponibles dans la littérature.

n° A. T_{fusion} Masse Vol.		Condu. thermique	Résistivité	Coeff. d'expansion			
	°C	gcm^{-3}	$Wm^{-1}K^{-1}$	$\mu\Omega cm$	$10^{-6}K^{-1}$		
	Revêtement						
30	419,5	7,14	119,5	5,96	31		
Substrat							
26	1535	7.32	80.3	9	12		

TAB. II.1 – Propriétés physiques du Zn et du substrat

II.1 Le monocristal de zinc

II.1.1 Cristallographie et modes de déformation du zinc

a) Structure cristalline

Le zinc est de structure hexagonale compacte, empilement de plans de sphères jointives comme indiqué sur la figure II.1. L'empilement est dit de type AB par opposition à la structure cubique à faces centrées, empilement de type ABC. La maille cristalline conventionnelle peut donc se décomposer en deux mailles élémentaires décalées, (voir figure II.1).

Dans sa structure idéale, chaque atome de la maille hexagonale compacte a 12 plus proches voisins, à une distance notée *a*. Ainsi la maille hexagonale compacte va être décrite par le rapport $\left(\frac{c}{a}\right)$ qui traduit l'élancement de la maille (voir la notation de la figure II.1). Une structure hexagonale de compacité maximale possède un rapport

 $\left(\frac{c}{a}\right) = \sqrt{\frac{8}{3}} \simeq 1,633$. Les matériaux hexagonaux se divisent donc en deux grandes familles : ceux pour lesquels le rapport $\left(\frac{c}{a}\right)$ est inférieur à 1,633 et ceux pour lesquels il est supérieur. Le zinc appartient à cette dernière catégorie puisque son rapport $\left(\frac{c}{a}\right)$ vaut 1,856 (a=2,658Å et c=4,934Å). Chaque atome de zinc possède donc six plus proches voisins inclus dans le plan basal. Dans le zinc, le plan le plus dense, donc celui sur lequel on prévoit, a priori, le glissement le plus facile est le plan basal.

Les sites interstitiels se situent, comme dans le cas de la structure c.f.c., au centre d'octaèdres (un site par atome de Zn) et de tétraèdres (deux sites par atome). Dans le cas d'une structure idéale, le rayon maximal des interstitiels admis est de 0,41r pour les sites octaédraux et de 0,22r pour les sites tétraédraux, si r est le rayon des sphères dures servant à modéliser la structure.

On trouvera dans le tableau II.1 les principales propriétés physiques du zinc.

b) Indexation cristallographique

Il existe plusieurs indexations en vigueur pour décrire la maille hexagonale. La plus ancienne est celle issue de la maille primitive, appelée notation de Miller ou notation à trois axes notée suivant la base $(\underline{a}_1, \underline{a}_2, \underline{c})$. La notation de Miller-Bravais, ou notation à quatre indices est très proche de celle de Miller mais largement plus utilisée car elle permet de bien rendre compte des symétries le long de l'axe sénaire. Elle est décrite par les vecteurs $(\underline{a}_1, \underline{a}_2, \underline{a}_3, \underline{c})$. Pour les calculs, nous utiliserons la notation qui s'appuie sur la base dite orthohexagonale, où chacun des vecteurs \underline{e}_i est de norme |1|. Ces trois systèmes de coordonnées sont schématisés sur la figure II.2. Le passage du système de Miller-Bravais au système orthohexagonal s'effectue par la matrice de passage suivante :

$$[UVW] = \begin{pmatrix} \frac{3a}{2} & 0 & 0 & 0\\ \frac{a\sqrt{3}}{2} & a\sqrt{3} & 0 & 0\\ 0 & 0 & 0 & c \end{pmatrix} \begin{pmatrix} u\\ v\\ t\\ w \end{pmatrix}$$
(II.1)

D'où réciproquement :

$$[uvtw] = \frac{1}{3a} \begin{pmatrix} 2 & 0 & 0\\ -1 & \sqrt{3} & 0\\ -1 & -\sqrt{3} & 0\\ 0 & 0 & \frac{3a}{c} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} U\\ V\\ W \end{pmatrix}$$
(II.2)

Ces trois systèmes de coordonnées sont résumés sur la figure II.2.



FIG. II.1 – Structure hexagonale compacte, de [Partridge, 1957, Jaoul, 1965]



Notation de Miller et de Miller-Bravais

FIG. II.2 – Systèmes de coordonnées de la maille hexagonale

Direction	Plan	Eléments Cristallographiques	Nombre de systèmes
<u>a</u>	Basal	$(0001) < 11\overline{2}0 >$	3
<u>a</u>	Prismatique	$\{1\overline{1}00\} < 11\overline{2}0 >$	3
<u>a</u>	Pyramidal π_1	$\{1\overline{1}01\} < 11\overline{2}0 >$	6
$\underline{a} + \underline{c}$	Pyramidal π_2	$\{11\overline{22}\} < \overline{11}23 >$	6

TAB. II.2 – Modes de déformation indépendants du zinc

Dans toute la suite de cet exposé, nous n'utiliserons pas la notation à trois indices de Miller. Par contre nous utiliserons indépendamment les autres systèmes ainsi que le système dit de Frank introduit plus loin et développé en annexe.

On voit d'après la figure II.2 que dans la notation à quatre indices, les plans $\{hkil\}$ et les directions $\langle uvtw \rangle$ vérifient les relations :

$$\begin{cases} i = -(h+k) \\ t = -(u+v) \end{cases}$$
(II.3)

La figure II.3 montre les différents systèmes de glissement : ce sont les plans basals (en rouge) qui glissent suivant les directions de type \underline{a}_i , les plans prismatiques (en bleu) qui glissent aussi suivant les directions de type \underline{a}_i , les plans pyramidaux π_2 (en vert clair) qui glissent suivant les directions de type $\underline{c} + \underline{a}$ (en vert foncé) et enfin le maclage (en bleu) qui fait l'objet d'une étude approfondie dans un paragraphe ultérieur. Ces deux derniers systèmes permettent au matériau de se déformer selon \underline{c} en plus d'une composante basale.

Il est important de noter qu'en règle générale, une direction donnée n'est pas orthogonale au plan de mêmes indices sauf pour les directions de type [0001] et $\langle khi0 \rangle$. Un plan d'indices $\{hkil\}$ possèdera une normale d'indices :

$$\left\langle hki\frac{3l}{2C^2}\right\rangle$$
 avec $C = \left(\frac{c}{a}\right)$ (II.4)

et la distance interréticulaire correspondante sera :

$$\frac{a}{\sqrt{\left[\frac{4(h^2+hk+k^2)}{3}+\frac{l^2}{C^2}\right]}}$$
(II.5)

Cette formule appliquée au plan basal, donne une distance interréticulaire de *c* à laquelle correspond une densité de $\left(\frac{2}{\sqrt{3}a^2}\right)$. Les autres plans de la maille hexagonale sont dits rugueux. En effet comme le montre la figure II.4 issue de [Jaoul, 1965], les plans prismatiques et pyramidaux apparaissent ondulés, ceci est dû à la structure en empilements de type AB.

c) Modes de déformation

D'après l'analyse faite par Taylor [Taylor, 1938], un matériau a besoin de cinq modes de déformation indépendants pour pouvoir s'écouler plastiquement sans produire de fissure. Nous allons voir que cela peut impliquer pour tous les hexagonaux compacts la nécessité d'un mode de déformation autre que le glissement cristallographique, le maclage.

Il existe principalement deux types de dislocations au sein du zinc qui sont les dislocations dont les vecteurs de Burgers sont de type \underline{a} et de type ($\underline{c} + \underline{a}$). De fait on recense dans le Zn, quatre types de glissement possibles qui sont résumés dans le tableau II.2 issu de [Yoo, 1981] et illustrés par la figure II.3 page 31.

Le glissement basal et le glissement prismatique qui sont les modes de glissement suivant <u>a</u> n'offrent que 4 modes indépendants, cristallographiquement équivalents aux quatre systèmes indépendants du glissement pyramidal de vecteur <u>a</u>. Il est donc nécessaire d'introduire soit un système de glissement suivant ($\underline{c} + \underline{a}$) soit un mode de déformation autre, comme le maclage que nous verrons au paragraphe suivant. Yoo, entre autres, a mis en évidence du glissement selon ($\underline{c} + \underline{a}$), [Yoo and Wei, 1967], et ce dès la température ambiante. Il reste par contre difficile à activer et, comme le montre le triangle standard sur la figure II.5 issu de [Munroe et al., 1997], il reste confiné dans une région restreinte. Le tableau II.3 donne la signification des zones A, B, C et D du triangle de la figure II.5.

Yoo discute alors la stabilité des dislocations ($\underline{c} + \underline{a}$) et remarque que les observations au M.E.T. faites jusqu'alors montrent que les dislocations de type ($\underline{c} + \underline{a}$) ne sont stables qu'en configuration vis tandis que la partie coin se décompose en \underline{c} et \underline{a} , dislocations indépendantes. La figure II.6 illustre ce propos. Yoo pose alors le



FIG. II.3 – Principaux plans et directions de la maille h.c.p. : rouge : glissement basal, bleu : glissement prismatique, vert : glissement pyramidal π_2 , cyan : maclage



FIG. II.4 – Plans rugueux de la maille hexagonale compacte idéale, [Jaoul, 1965]



FIG. II.5 – Triangle standard des hexagonaux dont le plan de glissement facile est le plan basal; issu de [Munroe et al., 1997]. Signification des zones : voir tablau II.3

Sollicitation de traction						
А	С	D				
Gliss. prism ou pyr. Clivage		Gliss. basal double	Gliss. basal simple			
et Maclage						
Sollicitation de compression						
Clivage Maclage et Gliss.		Gliss. basal double	Gliss. basal simple			
	selon $(\underline{c} + \underline{a})$					

TAB. II.3 – Signification des zones associées au triangle standard des hexagonaux dont le plan de glissement facile est le plan basal, d'après [Munroe et al., 1997]

problème de la définition d'un système indépendant qui devrait posséder sa propre source de dislocations, ce qui ne semble pas être le cas ici dès lors que $(\underline{c} + \underline{a})$ ne peut exister sans \underline{c} et \underline{a} . Yoo souligne que si cette dernière remarque est vraie, le nombre de systèmes indépendants dans le zinc, voir le tableau II.2, est de quatre et ne permet pas de satisfaire la condition de Taylor précédemment explicitée. Il n'existe cependant aucun système de glissement suivant une dislocation de type \underline{c} répertorié à ce jour dans le zinc. Aussi, du point de vue strictement mécanique, nous considérerons que le système de glissement pyramidal π_2 est un système de glissement à part entière.

Numakura, [Numakura et al., 1992], a récemment abordé la stabilité des dislocations présentes dans les hexagonaux compacts dans un champ élastique anisotrope, comme cela fut fait en 1966 par Yoo, [Yoo and Wei, 1967], pour les dislocations <u>a</u>. Les résultats de cette étude sont bons pour les matériaux présentant une forte anisotropie. C'est le cas du Zn et du Cd pour lesquels on retrouve les résultats expérimentaux de glissement facile. Par contre, les résultats pour les autres hexagonaux ne sont pas convaincants et l'auteur conseille de revenir à une détermination des systèmes de glissement facile via une approche de dissociation du coeur des dislocations. Cette approche est issue d'une approche plus "classique" qui regarde le caractère énergétiquement favorable ou non de la dissociation d'une dislocation parfaite. Les premiers modèles proposés qui ont pour but d'expliquer la relative facilité de glissement dans le plan basal et les plans prismatiques sont ceux de Régnier et Dupouy qui, en 1970, proposent les deux dissociations de $\frac{1}{3}[11\overline{20}]$ suivantes :

- Dissociation basale, $\frac{1}{3}[11\overline{2}0] \rightarrow \frac{1}{3}[10\overline{1}0] + \frac{1}{3}[01\overline{1}0]$.
- Dissociation prismatique, $\frac{1}{2}[11\overline{2}0] \rightarrow \frac{1}{9}[11\overline{2}0] + \frac{2}{9}[11\overline{2}0]$.

Ce modèle présente de bons résultats et permet aux auteurs d'énoncer le critère suivant : *"la dissociation prismatique est plus facile dans les métaux qui possèdent une transition de phase hexagonale compacte/ cubique centrée tandis que les métaux ne présentant pas une telle transition ou pour lesquels elle a lieu à haute température glissent plus facilement sur le plan basal*". Ce critère vient du fait que la dissociation prismatique décrite ci–dessus, introduit une faute d'empilement qui correspond à une couche mince de structure cubique centrée. Ce modèle ne permet cependant pas d'expliquer le cas de certains matériaux comme le ruthénium.

A partir de 1981, des calculs atomistiques ont permis d'évaluer la validité des modèles de dissociation. Bacon et Martin, [Bacon and Martin, 1981], ont étudié, à l'aide d'un potentiel de Lennard-Jones, la configuration atomique des dislocations <u>a</u> dans les plans basals. Les calculs ont mis en évidence une structure planaire du coeur conduisant toujours à une dissociation en deux partielles de Shockley dans le plan de base suivant la réaction de Régnier et Dupouy.

C'est Legrand dans [Legrand, 1984] qui, le premier, a expliqué le mode de glissement facile pour tous les hexagonaux compacts et ce grâce à des calculs énergétiques de liaisons fortes. Il montre que la nature de la liaison joue un rôle prépondérant dans le mode de glissement facile. Il classe ainsi les matériaux en deux catégories :

- le plan de glissement facile est le plan basal (Mg, Be, Zn, Cd, ...). Ce sont des métaux divalents. Ils présentent une configuration de coeur planaire.
- le glissement facile se fait dans le plan prismatique (Ti, Zr, Hf, ...). Ce sont des métaux de transition qui possèdent une configuration de coeur non planaire.

L'observation expérimentale de ces résultats n'est, à ce jour, pas convaincante. Naka et Lasalmonie, [Naka and Lasalmonie, 1982], ont confirmé la configuration du coeur d'une dislocation coin de type \underline{a} pour le titane, alors que dans le cas d'une configuration vis, ils proposent un schéma différent : dissociation dans le plan prismatique ainsi que dans deux plans de type π_1 .

Ces résultats permettent de lever le voile quant aux incohérences qui subsistaient avec une approche en densité atomique classique qui classait les matériaux en fonction de la valeur de leur rapport $\left(\frac{c}{a}\right)$ par rapport à $\sqrt{\frac{8}{3}}$ et qui ne permettait pas d'expliquer la prédominance du glissement basal observée sur le cobalt, le magnésium et le béryllium, qui ont tous trois des rapports $\left(\frac{c}{a}\right) < \sqrt{\frac{8}{3}}$.

d) Le maclage

Le maclage est un mode de déformation primordial pour l'ensemble des hexagonaux compacts. La description physique du maclage se fait généralement par le biais d'une déformation homogène s'appliquant sur une région d'un cristal et dont le produit final, la partie maclée, conserve une structure identique mais orientée différemment. Cela implique donc une invariance volumique et, de ce fait, une description en terme de cisaillement est possible. Sur la figure II.7, issue de [Braisaz, 1996], on peut voir, sur une micrographie réalisée au microscope électronique à haute résolution (MEHR), comment se traduit cette conservation de structure et l'existence d'un plan d'accollement entre les deux parties. La micrographie montre les désorientations des colonnes atomiques.



FIG. II.6 – Décomposition d'une dislocation c+a en c et a, d'après [Yoo, 1981]



FIG. II.7 – Maclage mécanique du Zn vu au MEHR; d'après [Braisaz, 1996]

K_1	K_2	<u>η</u> 1	$\underline{\eta}_2$	<u>S</u>	γ , le cisaillement
$\{10\overline{1}2\}$	$\{10\overline{12}\}$	< 1011 >	< 1011 >	$\frac{1}{3} < 1\overline{2}10 >$	0,139

TAB. II.4 – Eléments du maclage dans le Zn

Description du maclage par un cisaillement simple

On représente en général le maclage par les éléments suivants :

- $-K_1$, plan de macle, ne subissant aucune déformation ni désorientation.
- $-\eta_1$, direction de cisaillement contenue dans K_1
- $-\overline{K}_2$, plan non déformé mais subissant une rotation
- $-\underline{\eta}_2$, direction intersection de K_2 et de S, plan de cisaillement; direction ne subissant qu'une rotation mais aucune déformation.

La figure II.8 résume les éléments du maclage mécanique.

Le tableau II.4 donne les éléments du seul mode de maclage observé dans le Zn. Le maclage s'obtient, dans le cas du Zn, par compression selon l'axe \underline{c} tandis que le maclage est activé par traction suivant l'axe sénaire dans beaucoup d'autres cas. Ces derniers sont résumés sur la figure II.9 issue de [Yoo, 1981]. Sur cette figure, les pentes positives traduisent un maclage activé par compression, tandis que les pentes négatives traduisent un maclage activé par traction. Remarquons donc que si un monocristal de Zn se trouve soumis à une contrainte de traction suivant l'axe \underline{c} , nous n'avons pas, dans le cas général, cinq systèmes de déformation indépendants. De fait, Yoo fait remarquer que les hexagonaux qui montrent une très bonne ductilité sont ceux qui peuvent macler aussi bien en compression qu'en tension. (voir figure II.9). Ainsi Lavrentev et *al.* [Lavrentev and Salita, 1968] ont montré sur un monocristal de Zn chargé en uniaxial le long de \underline{a} , que la déformation plastique à rupture était six à huit fois supérieure en compression qu'en traction. Ils ont attribué ce résultat au maclage selon [1012] activé en compression et inactif lorsque le monocristal est sollicité en tension, [Lavrentev and Salita, 1968].

Description du maclage par la rotation de réseau induite

Une autre approche consiste à regarder comment se présente le cristal une fois maclé et à définir la relation de symétrie qui traduit le fait qu'entre la partie maclée et l'orientation initiale existe un plan commun que l'on appelle plan de maclage (K_1). Très vite les relations de symétrie possibles ont été déterminées par les cristallographes et on a montré que *in fine*, le maclage peut se traduire de différentes manières qui, dans le cas du Zn et autres métaux à symétries importantes, sont toutes équivalentes. ¹

- 1. Reflexion par rapport à K_1 .
- 2. Rotation de π autour de $\underline{\eta}_1$.
- 3. Reflexion par rapport au plan normal à η_1 .
- 4. Rotation de π autour de la normale à K_1 .

II.1.2 Concentrations de contraintes dues aux macles

Yoo cite dans son article de 1981, [Yoo, 1981], un phénomène de concentration de contraintes dues aux macles : il s'agit de l'interaction de deux macles entre elles.

A partir des travaux de Reed-Hill, Yoo rappelle que l'intersection d'un système de maclage par un autre système est facilitée par un maclage de second ordre au sein de la macle pénétrée [Yoo, 1981]. Ainsi, sur des métaux tels que le zirconium ou le titane, qui présentent de nombreuses familles de maclage, il est très fréquent de voir ce phénomène de croisement de macles. La ductilité de ces métaux est considérablement plus importante que celle des hexagonaux ne présentant qu'une seule famille de maclage comme c'est le cas pour le zinc et le beryllium. En effet, sur ces derniers, l'interpénétration de deux sytèmes de la même famille va être la source de concentrations de contraintes importantes qui, en l'absence de mécanismes de relaxation, peuvent mener à la naissance de fissures. Sur la micrographie figure II.10, on peut voir une telle situation. Les macles sont-elles à l'origine de la fissure ou

¹On trouvera dans l'article de Bilby et Crocker, [Bilby and Crocker, 1965] la définition du maclage de type I et du maclage de type II qui répondent resp. à la rationalité ou non des indices de \underline{K} et $\underline{\eta}_1$. Cette condition de rationalité est directement issue des relations de symétrie citées ici, sachant que les relations 1 et 4, qui sont équivalentes, sont la traduction du maclage de type I, tandis que les relations 2 et 3, également équivalentes, sont la traduction d'un maclage de type II. La différence entre les deux modes n'est effective que pour des structures de faible symétrie comme l'uranium- α .



FIG. II.8 – Eléments du maclage mécanique



FIG. II.9 – *Cisaillement associé au maclage en fonction de* $\left(\frac{c}{a}\right)$
la fissure est-elle à l'origine des macles ? Il est nécessaire de pratiquer des essais *in situ* ou interrompus pour se prononcer.

II.1.3 Macles et fissures

a) Modèle de rupture par clivage – Stroh, 1958

Gilman, en 1954 et 1958, Deruyttere et Greenough en 1956 ont étudié la rupture de monocristaux de zinc ([Gilman, 1954, Gilman., 1958, Deruyttere and Greenough, 1956]). Dans son article de 1954, Gilman étudie plus particulièrement le mécanisme de déformation par bande en genou (*kink–band*) très fréquent dans les monocristaux de zinc. Il montre des micrographies où des fissures de clivage prennent naissance au droit de joints de pliages en genou. La figure II.11 (a) montre le célèbre cliché de Gilman illustrant ce phénomène.

Stroh, dans son article de 1958 reprend ces observations et tente de modéliser le clivage d'un monocristal dont le plan de glissement principal est confondu avec le plan de clivage. Le fait qu'il considère un monocristal a pour effet de supprimer les obstacles classiques à l'avancée des dislocations que sont les joints de grains. De plus le fait que le plan de clivage est confondu avec le plan de glissement facile implique qu'un empilement de dislocations dans ce plan ne produit aucune contrainte normale au plan de glissement. Le zinc est dans ce cas si l'on ne considère pas les systèmes de glissement prismatiques et pyramidal π_2 , environ dix fois plus difficiles à activer que les systèmes basals.

Considérons la figure II.11 (b) sur laquelle la fissure de clivage est déjà présente. Observant les micrographies II.11 (a) et II.12 Stroh suppose qu'étant donné l'aspect curviligne régulier des lignes de glissement, les dislocations sont organisées en parois (i.e. en sous-joints de grain). De telles situations engendrent des désorientations qui sur les figures II.11 (a) et II.12 sont de 8° et 14°, ce qui est supérieur au 5° que Friedel [Friedel, 1956] estime minimum pour la germination d'une fissure.

Considérons maintenant la figure II.11 (b) sur laquelle la fissure de clivage est déjà présente. La partie basse du mur de dislocations est bloquée par un obstacle, tandis que la partie haute glisse sous la contrainte appliquée. Stroh considère qu'approximativement x/h dislocations interagissent entre elles avec une force de $Gb^2/2\pi x$. Il en résulte que le mur de dislocations vérifie la condition d'équilibre entre la force appliquée (τb sur chaque dislocation, $\tau L\theta$ pour l'ensemble des dislocations) et l'interaction entre dislocations de signe opposé $\left(\frac{G\theta^2 x}{2\pi}\right)$:

$$\left(\frac{G\Theta x}{2\pi}\right) = \tau L \tag{II.6}$$

où τ est la contrainte de cisaillement sur le plan de glissement/clivage, $\theta = b/h$ est la désorientation, *L* la longueur de la paroi de dislocations, *G* est le module de cisaillement du monocristal considéré. Cette fonction fixe alors une position d'équilibre x qui détermine la géométrie de la fissure considérée. Dans son article de 1954, [Stroh, 1954], Stroh montre que cette géométrie est équivalente à une fissure de longueur [Stroh, 1954]

$$c = \left(\frac{(\theta x)^2 G}{8\pi\gamma_s}\right) \tag{II.7}$$

Identifiant (θx) et intégrant cette relation au critère de Griffith d'extension catastrophique de la fissure (équilibre entre l'énergie élastique restituée lors de l'avancée de la fissure et l'énergie dissipée sous forme de création de nouvelles surfaces), Stroh trouve que la condition de rupture du monocristal s'exprime sous la forme :

$$(\tau - \tau_{0_c})\sigma_n = \left(\frac{4\gamma_s G}{\pi L}\right) = k\cos(\chi)$$
 (II.8)

où σ_n est la contrainte normale exercée sur le plan de glissement/clivage, γ_s est l'énergie de surface du matériau sur ce même plan, τ_{0_c} est la contrainte critique de cisaillement, χ est l'angle formé entre l'axe de traction et le plan de glissement.

La relation II.8 implique que la contrainte normale nécessaire à la naissance du clivage diminue tant que la contrainte de cisaillement augmente. Les résultats de Deruyttere et Greenough (1956) et ceux de Gilman (1958) confirment presque la forme de la relation II.8 : ils considèrent la quantité de glissement basal en abscisse et non la contrainte de cisaillement sur ce même plan. Cette approche est plus satisfaisante dès lors que, par le biais de l'écrouissage latent, on peut avoir des contraintes de cisaillement importante sans pour autant avoir activé le glissement correspondant. En effet, comme le montre la figure II.13, la contrainte normale à rupture augmente très fortement (i.e. son inverse diminue) lorsque la quantité de cisaillement diminue. Lorsque χ vaut presque 90 °, γ^{s} est



FIG. II.10 – Interaction entre des macles et une fissure de clivage. Après essai d'expansion équibiaxié, $\varepsilon_{eq} = 11,4\%$. Observation en lumière polarisée.



FIG. II.11 – (a) Fissures de clivage au droit d'un joint de pliage en genou; issue de [Gilman, 1954] (b) Modélisation proposée par Stroh, [Stroh, 1958]



FIG. II.12 -(a) Fissure de clivage au droit d'un joint de pliage en genou dans un bicristal ; issue de [Stroh, 1958] ; observé par Gilman

très proche de 0 ce qui implique une absence de ductilité et un comportement fragile. La contrainte normale monte alors à des valeurs très importantes. Ainsi Gilman a trouvé [Gilman., 1958] des valeurs de contrainte normale à rupture qui varient de 45MPa pour $\chi = 89^{\circ}$ à 5MPa pour $\chi = 82^{\circ}$.

b) Relations entre macles et fissures

En ce qui concerne la germination, les deux phénomènes, maclage et clivage, sont favorisés par les mêmes conditions (concentration de contraintes essentiellement). Le comportement observé est alors propre à chaque matériau; cependant une analyse basée sur un modèle de dislocations a été réalisée par Yoo dans [Yoo, 1979], et est rapportée dans [Yoo, 1981].

La figure II.14 montre une région fortement contrainte dans un solide soumis à un chargement donné. En supposant que les contraintes internes sont homogènes au sein du matériau, Yoo évalue la contrainte nécessaire pour l'avancée de la fissure en mode I (i.e. le cas du clivage dans le plan basal, σ_c) ainsi que celle nécessaire à la croissance de la macle en mode II, σ_t . Le ratio des contraintes critiques est alors donné par une expression simple : $\left(\frac{\sigma_t}{\sigma_c}\right) = k \sqrt{\frac{f_t}{f_c}}$, où f_i représente la résistance inélastique (ce qui inclut l'énergie de cohésion) totale à la croissance d'un embryon (de macle et de fissure resp.) et k est fonction du chargement et des constantes d'élasticité du matériau. Si nous pouvons négliger la contribution inélastique des dislocations de macles (i.e. le coeur des dislocations), on a alors la relation $\left(\frac{f_t}{f_c}\right) \simeq \left(\frac{\Gamma_t}{\Gamma_c}\right)$, où Γ est l'énergie de cohésion du plan considéré. Au regard de $\left(\Gamma_{\Gamma}\right)$ de materies de la constante de la contrainte de cohésion du plan considéré.

 $\left(\frac{\Gamma_t}{\Gamma_c}\right)$, le ratio $\left(\frac{c}{a}\right)$ ainsi que le caractère fortement anisotrope des champs élastiques jouent un rôle mineur.

Ce modèle ne prend pas en compte l'écoulement plastique qui a lieu en tête de fissure et de ce fait ne peut être appliqué qu'à des embryons de macles et de fissures et non pas à la croissance d'objets déjà existants.

Yoo rapporte également les travaux de Bilby et Bullough, [Bilby and Bullough, 1953], qui émettent les deux hypothèses suivantes de relaxation de contraintes : émoussement d'une fissure de clivage par la création et la propagation de deux macles de type $\{10\overline{12}\}$ en tête de fissure ainsi que la relaxation de contraintes en tête de macle par l'apparition de glissement et/ou de fissures, sachant qu'il est bien souvent plus favorable, d'un point de vue énergétique, de créer du glissement plutôt que des fissures. Ces deux configurations sont résumées sur la figure II.15. Enfin, Yoo rapporte le cas observé de déviation d'une fissure de clivage à la traversée d'une macle ; la fissure suivant le plan de clivage dans le schéma matrice/macle/matrice, (cela implique une déviation), ou bien la fissure suivant le joint de macle.

On retiendra tout particulièrement le cas où des macles sont émises en tête d'une fissure de clivage car c'est une configuration que l'on retrouvera dans les essais mécaniques biaxiaux réalisés sur les revêtements étudiés. Ces essais sont rapportés dans la partie VI.2.

II.2 Comportement mécanique du zinc allié : mise en équation

La bibliographie sur le zinc pur, bien qu'abondante, ne permet pas d'obtenir de façon clairement univoque les grandeurs nécessaires à la mise en équation du comportement mécanique du zinc. Les faibles contraintes mises en jeu ainsi que les fortes disparités observées sur certaines valeurs obligent à la plus grande prudence quant à la "fiabilité" des valeurs retenues pour modéliser le comportement mécanique du zinc. De plus on se limite à une formulation isotherme du comportement mécanique.

II.2.1 Anisotropie élastique du zinc

Le zinc est un monocristal fortement anisotrope. Le tenseur des raideurs isotrope transverse (dans le repère orthoexagonal), pris en compte dans les calculs, est de la forme : $E_{\tilde{\alpha}}$ tel que $E_{1111} = 165$ GPa, $E_{2222} = 165$ GPa, $E_{3333} = 61, 8$ GPa, $E_{1212} = 33, 5$ GPa, $E_{2323} = 19, 8$ GPa, $E_{3131} = 19, 8$ GPa, $E_{1122} = 31, 1$ GPa, $E_{2233} = 50$ GPa, $E_{3311} = 50$ GPa. Ces valeurs sont issues de [Handbook, 1989].

II.2.2 Identification des cissions critiques de cisaillement

On parle ici des cissions critiques de cisaillement initiales (i.e. avant toute déformation plastique). On note cette cission, pour un système de glissement s, τ_{0c}^s . Afin de traduire la controverse qui peut exister sur les valeurs des



FIG. II.13 – Variations de la contrainte normale à la rupture avec l'orientation d'un monocristal de zinc. Résultats de Deruyttere et Greenough ([Deruyttere and Greenough, 1956]) et Gilman; issus de [Gilman, 1954]



FIG. II.14 – Modèle 2D de dislocations pour la germination de macles et de fissures ; d'après [Yoo, 1981]

cissions critiques de cisaillement des différents sytèmes de glissement du zinc (maclage surtout), nous présentons ces dernières sous forme de tableau avec, à chaque fois, la référence de l'article cité (tableau II.5)^{2,3}.

Les valeurs des CRSS varient très notablement selon les auteurs. Dans le cas de la famille de glissement basal, nous retenons pour la suite la valeur de 0,3MPa pour le zinc pur; dans le cas de la famille de glissement pyramidal π_2 , la valeur de 3MPa est retenue comme base de travail par la suite.

Les systèmes de glissement pyramidal π_1 et prismatique font, dans le cas du zinc, l'objet de peu d'attention. En l'absence d'autres informations, nous retenons, dans le cas de la famille prismatique, la valeur de Fundenberger et *al.*, [Fundenberger et al., 1997], obtenue par comparaison entre les simulations et les mesures de textures obtenues pour différents taux de laminage. Les auteurs trouvent peu d'influence de τ_c^p sur l'évolution de texture du zinc et ce en faisant varier cette valeur dans un rapport de 1 à 3. Dans le cas du système de glissement pyramidal π_1 , l'absence de données dans la littérature couplée à l'analyse faite par Yoo et Wei, [Yoo and Wei, 1967], qui montrent que les systèmes de glissement basals et prismatiques sont cristallographiquement équivalents aux systèmes pyramidaux π_1 nous ont amené à considérer ces systèmes comme n'étant que peu actifs. Par conséquent, cette famille ne sera pas prise en compte dans les modélisations par éléments finis multicristallines présentées dans les chapitres suivants.

II.2.3 Effet de durcissement structural

Le bain de galvanisation est allié avec de l'aluminium pour éviter la formation, dans le revêtement, de phases fer/zinc fragiles. Ceci a pour conséquence l'obtention de zinc allié à 0,2% d'aluminium dans le revêtement (voir la partie III.2.2 de ce manuscrit). Cela implique, du point de vue mécanique, un durcissement structural du zinc allié.

Adams et Vreeland [Adams and Vreeland, 1968] ont comparé les comportements mécaniques (en compression) de monocristaux de Zn pur, de Zn +0,0025% en poids d'Al et de Zn + 0,02% en poids d'Al. Les auteurs trouvent que la valeur de la cission critique de cisaillement du système basal est très fortement dépendante de la pureté. En effet elle passe de 0,1MPa dans le cas du Zn pur, à 0,16MPa dans le cas du Zn +0,0025% en poids d'Al. De même l'influence à la vitesse de déformation varie avec le taux d'Al ajouté : la viscosité (le facteur n) augmente, au sens de la loi découlement de type Norton ($\dot{g}^p = ((\sigma - R)/K)^n$). Malheureusement les données sur la viscosité d'Adams et Vreeland ne sont pas exploitables. Ils trouvent par contre que l'écrouissage reste identique avec ou sans Al. Ces résultats sont en accord avec ceux obtenus par Zagoruyko et Soldatov (glissement simple sur monocristaux) et par Mikulowski (compression sur monocristaux) [Zagoruyko and Soldatov, 1990, Mikulowski, 1996]. En l'absence de données sur un matériau composé de zinc + 0,2% d'Al, on utilise les résultats de Adams et Vreeland sur le zinc + 0,02% en poids d'Al.

Par la suite, les cissions critiques de cisaillement avec lesquelles nous travaillerons prendront en compte cet effet de durcissement structural. Ainsi les valeurs des CRSS qui seront retenues – particulièrement pour les chapitres V et VIII – sont calculées avec la règle suivante : les CRSS issues des essais sur le zinc pur sont multipliées par un facteur 5, qui correspond au rapport des CRSS du système de glissement basal du zinc pur et avec 0,02% en poids d'Al obtenu par Adams et Vreeland. Les valeurs des CRSS retenues pour la suite sont fournies dans le tableau II.6. On retient que $\tau_{0c}^{bas} = 1,5MPa$. Conscients de l'imprécision de ces valeurs, nous avons également procédé à une identification de ces valeurs. Cette identification par méthode inverse sur des essais originaux sur du zinc allié massif est rapportée dans la partie IV.2.4 de ce manuscrit.

Conformément aux résultats obtenus par ces mêmes auteurs, nous conserverons les valeurs d'écrouissage du zinc pur pour le zinc allié à 0,2% d'Al.

II.2.4 Identification de la matrice d'écrouissage

L'interaction entre dislocations peut-être représentée, de manière phénoménologique, par la matrice (h_{ij}) . Cette forme de matrice d'interaction ou d'écrouissage latent permet d'associer le durcissement sur chaque système de glissement (donc la contrainte d'écoulement à tout instant du système s, τ_c^s) à la quantité de glissement cumulé sur chacun des systèmes de glissement (γ_{cum}^r). Le lien étant fait par la matrice dite d'écrouissage dont la forme qu'on utilise a été introduite par Franciosi et Zaoui [Franciosi and Zaoui, 1980]. En l'absence de données très difficiles à obtenir, les auteurs prennent en général une matrice d'écrouissage de type identité (ce qui revient à ignorer l'effet de l'écrouissage latent et à ne considérer que l'auto-écrouissage) ou bien une matrice unitaire (ce qui revient à dire que tous les systèmes de glissement agissent de façon identique les uns sur les autres).

²Les valeurs fournies par défaut pour τ_c^{win} sont celles de la propagation de macles déjà existantes ; si les valeurs fournies sont celles de la germination, elles possèdent un *.

³Les valeurs citées sont celles issues des essais les plus lents, de l'ordre de $\dot{\epsilon} = 10^{-5}s^{-1}$. L'étude de la viscosité est faite dans la partie II.2.5.



FIG. II.15 – Configurations possibles de relaxation de contraintes faisant intervenir le maclage; d'après [Yoo, 1981]

Référence	τ_{0c}^{bas}	τ_{0c}^{prism}	$\tau_{0c}^{\pi_1}$	$ au_{0c}^{\pi_2}$	τ_{0c}^{twin}	Remarques
[Edwards &	0,28MPa	/	/	/	/	Ecrouissage latent basal
Washburn,						
1954]						
[Bell &	0,33MPa	/	/	10 à 15MPa	3 a 7 MPa et	Mise en évidence du
Cahn, 1956]					(>30MPa)*	glissement π_2 ; mise en
						évidence de l'importance de
						concentrateurs de
						contraintes pour l'activation
						du maclage, de la
		,	1		5001 (D *	germination homogène.
[Price,	/	/	/	/	500MPa*	Essais sur whiskers :
1960a]						contrainte de germination
FC(- C-1 - Q	0.1410	/	/	21 (D)	1	de macles
[Storel &	0,14MPa	/	/	3MPa	/	Essais traction/torsion;
W00d,						ecrouissage latent $\pi_2/basal$
[1903]	1	2	/	/	/	Valence valetimes issues d'un
[Tyson,	1	3	/	/	/	valeurs relatives issues d'un
1907]						d'une diele estier
[Adams 9		/	/	/	/	
[Adams &	0,1MPa	/	/	/	/	Effets de la purete du
						materiau sur t_c , sur
[Stob] &	/	/	/	2 à 4 MDa	/	Effete de la vitease de
Istaili & Margolin	/	/	/	5 a 4 Mira	/	déformation de la
108/1						température :
1904]						auto ácrouissage π_{2}
Zagoruvko	0.3MPa	/	/	/	/	Etude de défauts structuraux
	0,51vii a	/	/	/	/	Etude de defauts structuraux
1990]						
Mikulowski	0 38MPa	/	/	/	/	Effets de la vitesse de
1996]	0,5011 1 u	,	,	,	,	déformation
[Funden-	1	15	/	10	30	Identification des cissions
-berger et		-		-	-	critiques par évolution de la
al.,1997]						texture d'un polycristal :
· 1						$\tau_{0as}^{bas} = 1$ arbitraire

TAB. II.5 – Valeurs des cissions critiques de cisaillement du zinc pur données par la littérature .Les valeurs fournies par défaut pour τ_c^{twin} sont celles de la propagation de macles déjà existantes ; si les valeurs fournies sont celles de la germination, elles possèdent un *



FIG. II.16 – Essais de compression sur monocristaux de zinc à différentes teneurs en Al. issus de [Adams and Vreeland, 1968]

Sytème	CRSS retenue
basal	1,5MPa
Pyramidal π_2	15MPa
prismatique	22,5MPa
maclage	25MPa
pyramidal π_1	pas pris en compte

TAB. II.6 – Valeurs des cissions critiques de cisaillement retenues pour la modélisation du zinc allié qui compose le revêtement des tôles galvanisées de l'étude

L'écrouissage du zinc monocristallin est donc modélisé par une relation du type :

$$\tau_{c}^{s} = \tau_{0_{c}}^{s} + Q^{s} \sum_{r=1}^{N} h_{rs} \left(1 - \exp\left(-b_{r} \gamma_{cum}^{r}\right) \right)$$
(II.9)

où s est le système de glissement dont on examine la variation de contrainte critique de cisaillement, r parcourt l'ensemble des sytèmes de glissement de toutes les familles symboliquement noté de 1 à N, γ_{cum}^{r} représente le glissement cumulé dans le système r. La valeur de b_r , en l'absence de données plus fiables, est choisie de telle manière que l'écrouissage du système considéré sature pour une valeur γ_{cum}^{r} de 10%. Ceci est le cas pour la famille prismatique sur laquelle aucune donnée sur l'écrouissage n'a été trouvée.

La matrice d'écrouissage correspondante se présente sous la forme :

$$\begin{bmatrix} Q^{s}h_{rs} \end{bmatrix} = \begin{array}{cccc} basal & prism & \pi_{2} & \cdots \\ & & & & \\ basal & \begin{pmatrix} Q^{b} \begin{pmatrix} h_{1}^{b} & h_{2}^{b} & \cdots \\ h_{2}^{b} & h_{1}^{b} & \cdots \\ h_{2}^{b} & h_{2}^{b} & \ddots \end{pmatrix} & Q^{b}h_{p}^{b} & Q^{b}h_{\pi_{2}}^{b} & \cdots \\ & & & & \\ h_{2}^{p} & h_{2}^{p} & \cdots \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & & & \\ & & &$$

Les termes diagonaux de cette matrice $(h_1^b, h_1^p, h_1^{\pi_2}, ...)$ représentent les termes d'auto-écrouissage; tous les autres termes sont des termes d'écrouissage latent. Les matrices diagonales modélisent l'écrouissage entre les systèmes au sein d'une même famille. Les termes hors de la grande diagonale, termes de type $h_{\pi_2}^b$, représentent l'écrouissage entre familles. Les termes Q^s donnent l'amplitude de l'écrouissage qui peut avoir lieu sur le système s. Les termes $h_{s_2}^{s_1}$ donnent l'importance de l'interaction entre s_1 et s_2 dans l'écrouissage du système s_1 .

Les résultats des essais d'Edwards et Washburn ([Edwards and Washburn, 1954]) sont montrés sur la figure II.17. Ces essais de cisaillement simple sur monocristaux ont permis d'activer, dans un premier temps, un système basal donné, puis dans un second temps, un autre système différent du premier. Ces auteurs parlaient déjà d'écrouissage latent en 1954. Ces essais ainsi que ceux de Adams et Vreeland (essais de compression) [Lavrentev et al., 1979] et de Lavrentev et al. (essais de cisaillement simple) [Lavrentev et al., 1979], nous ont permis d'identifier les éléments $\{Q^b, h_1^b, h_2^b, b_b\}$, indépendants de la température. Nous avons également identifié les paramètres $\{Q^{\pi_2}, h_1^{\pi_2} \equiv h_2^{\pi_2}, b_{\pi_2}\}$, grâce aux essais de Lavrentev [Lavrentev, 1976], de Stahl et Margolin (essais de traction) [Stahl and Margolin, 1984] et de Bosin *et al.* (essais de cisaillement simple) [Bosin et al., 1996]. Enfin nous avons identifié le paramètre d'écrouissage interfamille basal/pyramidal π_2 $\{h_{\pi_2}^b\}$, dépendant de la température, et ce grâce aux essais réalisés par Stofel et Wood [Stofel and Wood, 1963]. Ces derniers ont réalisé des essais de traction–torsion sur monocristaux orientés avec l'axe <u>c</u> parallèle à la sollicitation de traction. Cela permet d'activer tour à tour ou simultanément le plan basal (torsion) et les plans pyramidaux π_2 (traction) (figure II.18). Ces résultats s'accordent avec ceux obtenus par Bosin *et al.* (essais de compression sur bicristaux, [Bosin et al., 1996]).

Dans le cas des éléments { $Q^{twin}, Q^p, h_1^{twin}, h_2^{twin}, h_1^p, h_2^p, h_{twin}^{\pi_2}, h_p^p, h_b^{twin}, h_p^{twin}, b_p, b_{twin}$ }, les informations fournies par la bibliographie, (voir [Lavrentev, 1976]), sont trop imprécises pour pouvoir être prises en compte. Cependant on considère que le système prismatique s'écrouit du même ordre de grandeur que sa cission critique initiale et ce pour une déformation cumulée, γ_{cum}^r de l'ordre de 10%.

Les valeurs retenues sont fournies dans le tableau II.7. Aucun écrouissage n'est attribué au maclage. Le maclage est cependant traité comme un système de glissement dans ce travail (i.e. sans rotation de réseau associée). Le travail de Forest, Parisot et Pineau, [Forest et al., 2001], tient compte de la rotation de réseau associée au maclage et traite de la formation puis de la croissance de macles réelles au sein d'un monocristal de zinc. Ces travaux sont rapportés dans la partie VIII.2.2 de ce manuscrit.



FIG. II.17 – Essais d'Edwards et Washburn de cissaillement simple sur des monocristaux de zinc. [Edwards and Washburn, 1954]



FIG. II.18 – Essais de traction-torsion Stofel et Wood sur des monocristaux de zinc. [Stofel and Wood, 1963]

Systèmes	valeurs	Remarques
basal	$\begin{cases} Q^b = 1MPa \\ b_b = 3 \\ h_1^b = 1 \\ h_2^b = 2 \end{cases}$	Valeurs issues de [Edwards and Washburn, 1954], confrontées aux courbes de [Stofel and Wood, 1963, Bosin et al., 1996].
pyramidal π_2	$\begin{cases} Q^{\pi_2} = 15MPa \\ b_{\pi_2} = 30 \\ h_1^{\pi_2} = 1 \\ h_2^{\pi_2} = 1 \end{cases}$	Valeurs issues de [Bosin et al., 1996] confrontées aux courbes issues de [Stofel and Wood, 1963].
prismatique	$\begin{cases} Q^{p} = 22MPa \\ b_{p} = 10 \\ h_{1}^{p} = 1 \\ h_{2}^{p} = 1 \end{cases}$	Valeurs choisies par cohérence avec les familles basale et pyramidale π_2
pyramidal π_1	/	/
interplanaire	$h_{\pi_2}^b = 2,8$	Valeur identifiée sur [Stofel and Wood, 1963], confrontée à [Bosin et al., 1996].

TAB. II.7 – Valeurs des coefficients d'écrouissage issus de la littérature

II.2.5 Identification de la viscosité du zinc

Le zinc possède une température de fusion de 419,5 °C. Ainsi dès la température ambiante, nous avons $\left(\frac{T}{T_f}\right) = 0,43$, d'où la nécessité de connaître la dépendance de la vitesse de déformation du comportement mécanique du zinc.

Nous modélisons la dépendance à la vitesse de déformation par une relation du type Norton avec seuil qui s'écrit : 4

$$\begin{cases} \dot{\gamma}^{s} = Max \left(0, \left(\frac{|\tau^{s}| - \tau_{c}^{s}}{K}\right)^{n}\right) signe(\tau^{s}) \\ \dot{\gamma}^{s}_{cum} = |\dot{\gamma}^{s}| \end{cases}$$
(II.11)

La dépendance à la vitesse de déformation a été identifiée sur des essais de Mikulowski (compression sur monocristaux) [Mikulowski, 1996, Ksiazek and Mikulowski, 1992], puis confrontée aux essais de Margolin et Stahl (traction sur monocristaux) [Stahl and Margolin, 1984], et de Boček et Kaska, [Boček and Kaska, 1964]. Les résultats de Mikulowski sont sous la forme $\Delta \tau = f(\tau)$ pour le glissement basal et pour le glissement pyramidal π_2 , avec $\Delta \tau$ obtenu pour un saut de vitesse de déformation d'un facteur 10 (de $\dot{\epsilon}_1 = 7, 10^{-4}s^{-1}$ à $\dot{\epsilon}_2 = 7, 10^{-3}s^{-1}$). On a donc, d'après II.11 :

$$n = \frac{ln\left(\frac{\dot{\varepsilon}_2}{\dot{\varepsilon}_1}\right)}{ln\left(\frac{\tau_1 + \Delta \tau - \tau_{0c}}{\tau_1 - \tau_{0c}}\right)}$$
(II.12)

et ce en identifiant le rapport $\frac{\dot{\xi}_2}{\dot{\xi}_1}$ au rapport $\frac{\dot{\gamma}_2}{\dot{\gamma}_1}$ (ce qui revient à considérer que le nombre de systèmes de glissement actifs est identique aux deux vitesses). L'application numérique donne une valeur de n proche de 10, sachant que la détermination du rapport $\frac{\Delta \tau}{\tau_1 - \tau_{0c}}$, sur les courbes fournies par Mikulowski, est très arbitraire. En appliquant cette valeur de n aux courbes de Boček et Kaska, on trouve une valeur de K de l'ordre de 0, 1*MPa.s*^{1/n}. Etant donné que ces valeurs ont été identifiées sur des courbes qui font intervenir les familles de glissement basal et pyramidal π_2 , on ne différenciera pas leurs viscosité : les valeurs retenues pour l'ensemble des systèmes de glissement modélisés sont : $n \equiv 10$ et $K \equiv 0, 1MPa.s^{1/n}$.

Les valeurs trouvées peuvent apparaître surprenantes à plus d'un titre. Cependant, en l'absence de données plus claires, nous les conserverons pour les calculs par éléments finis qui suivent. Le paragraphe suivant revient cependant sur la nécessité d'effectuer des essais pour identifier une loi de comportement "propre" du monocristal de zinc allié à 0,2% d'aluminium.

⁴Dans le cas où le maclage est considéré comme un système de glissement classique (i.e. on ne considère pas le caractère "catastrophique" de la croissance de la macle ni le changement d'orientation consécutif), la relation II.11 doit en plus vérifier t > 0 pour activer le système.

II.2.6 De la nécessité de nouveaux essais effectués au laboratoire

Il apparaît relativement clair que les données issues de la littérature qui ont servi à modéliser le comportement mécanique du zinc monocristallin et faiblement allié souffrent de trop d'imprécisions. On notera en particulier les points suivants :

- Les valeurs atypiques obtenues sur la viscosité. Les cartes de fluage d'Ashby (loi d'écoulement de Norton sans seuil) donnent un exposant de la loi de Norton de n=4, à plus haute température.
- L'absence de données concernant l'écrouissage cinématique et/ou isotrope. Par défaut nous avons tout reporté sur l'écrouissage isotrope.
- Le caractère très approximatif de l'obtention des termes d'écrouissage latent.

Pour toutes ces raisons, il nous est apparu opportun de réaliser des essais mécaniques "propres" au laboratoire. C'est ce qui a été fait sur du zinc polycristallin massif.

Le matériau, des lingots de composition identique à celle du revêtement, nous a été fourni brut de coulée par le CED (Sollac Montataire). Il a été laminé puis recuit de façon à obtenir un polycristal homogène sur lequel ont porté des essais mécaniques divers. Les modes d'obtention de ce matériau polycristallin se trouvent dans la partie III.2.3. Ces essais, effectués à plusieurs vitesses de déformation, couplés à des mesures de textures, ont permis d'identifier le comportement mécanique du zinc polycristallin. Cette identification se fait par éléments finis, par méthode inverse. L'ensemble de cette procédure, expérimentale et numérique, est rapportée dans le chapitre IV de ce manuscrit.

II.3 Le zinc polycristallin

Il y a deux raisons majeures à l'étude du zinc en tant que polycristal. La première est une filiation directe de la partie II.2.6. La seconde est liée à la comparaison qui est faite, dans les chapitres ultérieurs, des modes de déformation et d'endommagement du zinc massif et du zinc formant les revêtements étudiés.

Le zinc polycristallin présente en règle générale une assez forte ductilité. Suivant les directions de sollicitation, les allongements à rupture sont de l'ordre de 50%. La figure II.19 montre la courbe de traction obtenue sur du zinc massif par Medrano et Gillis ([Medrano and Gillis, 1991]).

II.3.1 Les textures de laminage du zinc polycristallin

Les tôles de zinc obtenues par laminage puis recristallisées montrent invariablement la même texture : des axes c inclinés de 25° par rapport à la normale à la tôle dans le sens de laminage (figure II.20, issue des travaux de Rogers et Roberts, [Rogers and Roberts, 1967]). Par contre, il n'y a pas de démonstration probante d'une texture marquée des directions <u>a</u> formant le plan basal [Rogers and Roberts, 1967, Sztwiertnia et al., 1995]. Mueller et Haessner, [Mueller and Haessner, 1981], trouvent que la texture de recristallisation est indépendante de la taille de grains que l'on cherche à obtenir. Ils trouvent cette même texture pour une taille de grains qui varie de $0.6\mu m$ à 500µm. Lutts et Wegria [Lutts and Wegria, 1967] ont certes montré que la recristallisation n'affectait pas la distribution des axes sénaires mais que, par contre, les plans prismatiques subissent une rotation de 30° autour de l'axe normal au plan de laminage. De la sorte on se retrouve, selon eux, avec des plans prismatiques tels que dans la texture de la figure II.20. Bien entendu toutes ces données dépendent du taux de laminage appliqué. Doublier [Doublier, 1973] a montré que la microstructure ainsi que la texture obtenue par laminage est stable pour des taux de réduction compris entre 50 et 100% : l'axe sénaire en particulier ne bouge plus de sa position d'équilibre à 25 ° de la normale au plan de la tôle. On constate ainsi que la recristallisation après laminage ne vient que consolider une texture obtenue naturellement pendant le laminage à froid. Selon Sztwiertnia et al [Sztwiertnia et al., 1995], cette texture s'explique simplement par l'effet du glissement cristallographique, le maclage n'influençant que la dispersion des résultats obtenus. Ainsi en utilisant un modèle de Taylor, les auteurs obtiennent des textures en accord avec les résultats expérimentaux, même en partant de textures initiales isotropes. Ce résultat est confirmé par Philippe [Philippe, 1998]. Ces auteurs ne donnent par contre pas d'explication physique à ce résultat : il semble découler directement des rotations cristallines associées au glissement cristallographique.

L'anisotropie mécanique qui découle de cette texture dépend par contre de la taille de grains. Pour une taille de grains de $2\mu m$, Sztwiertnia, [Sztwiertnia et al., 1995], trouve que la contrainte d'écoulement varie d'environ 20% entre la direction de laminage et la direction transverse, lors d'un essai de traction simple. Pour une taille de grains de $40\mu m$, Rogers et Roberts trouvent que la contrainte d'écoulement varie d'environ 30%. Elle est plus importante dans la direction transverse.



FIG. II.19 – Courbe de traction type obtenue sur du zinc polycristallin recristallisé commercial, issu de [Medrano and Gillis, 1991]



FIG. II.20 – Figures de pôle type obtenues par laminage/recristallisation sur du zinc pur, issu de [Rogers and Roberts, 1967] – (a) $(0001) - (b) (10\overline{10})$

II.3.2 Les modes de déformation

Les courbes de traction du zinc polycristallin ne montrent pas de stades d'écrouisssage distincts au cours des essais de traction simple. Plusieurs auteurs ont cependant noté que les modes de déformation se diversifiaient à partir d'un certain taux d'élongation. On observe toujours et quasi-uniquement du glissement basal dans un premier temps. Après quoi, et selon des paramètres que l'on détaille ci-après, différents systèmes de déformation apparaissent, notamment le maclage.

a) Influence de la taille de grain

C'est un paramètre très influent : Mueller et Haessner, [Mueller and Haessner, 1981], ont montré que la loi de Hall et Petch était contredite par le zinc pour de très faibles tailles de grains. Ils trouvent qu'entre $3\mu m$ et $0,6\mu m$, la contrainte d'écoulement chute de près de 50% de sa valeur et ce quelle que soit la direction de traction. En corroborant ces informations à celles fournies par l'émission acoustique, ils supposent que l'évolution des modes de déformation est différente suivant la position de la taille des grains par rapport à la position $3\mu m$. En particulier ils soulignent qu'en deçà de $3\mu m$, le maclage ne semble pas s'activer, même à de très forts taux de déformation. Les micrographies électroniques obtenues sur deux échantillons de part et d'autre de la frontière $3\mu m$ montrent en effet que les arrangements de dislocations au sein des grains diffèrent largement d'un cas à l'autre. En deçà de $3\mu m$, la taille des cellules de dislocations n'est plus negligeable devant celle des grains.

Dans un intervalle de taille de grains plus classique, l'étude de Chmelík et de ses collaborateurs va dans le même sens ([Chmelík et al., 1993]). Pour des grains qui varient de 40 à 400 μ m, ils montrent, par émission acoustique, que le maclage prend une part d'autant plus importante à la déformation plastique que le grain est gros. Il est malheureusement extrêmement difficile de quantifier un tel résultat. De même il est très difficile par une telle méthode de discuter l'activité des systèmes de glissement non-basals. On peut cependant émettre l'hypothèse que l'activité des lors que ces deux modes de déformation ont des symétries, et des taux d'activation, très proches.

b) Influence de la direction de sollicitation et de la vitesse de déformation

Les tôles de zinc laminées étant très fortement texturées, les modes de déformation ont toutes les chances de dépendre de la direction de sollicitation. Là encore nous avons une information assez claire en ce qui concerne le maclage. Micrographies et figures de pôles à l'appui, Rogers et Roberts ([Rogers and Roberts, 1967]) montrent que le maclage prend une part importante à la déformation plastique lorsque la direction de traction se rapproche de la direction transverse à la direction de laminage.

Le comportement mécanique du zinc est connu pour sa grande sensibilité à la vitesse de déformation. Wagoner ([Wagoner, 1984]) a réalisé des essais de traction simple monotones ainsi que des essais de traction simple avec sauts de vitesse sur des tôles de zinc recuites. Il montre ainsi que l'exposant n de la loi d'écoulement de type Norton ($\dot{\epsilon} = \left(\frac{\langle \sigma - R \rangle}{K}\right)^n$) varie linéairement par morceau avec la vitesse de déformation : un premier segment qui concerne les faibles vitesses de sollicitation ($\dot{\epsilon} \in [10^{-6}; 10^{-3}]s^{-1}$) où n varie de 5 à 10 puis un second segment ($\dot{\epsilon} \in [10^{-3}; 10^{-1}]s^{-1}$) où n varie de 10 à 16.

Chmelík et al. ont également suivi par émission acoustique le comportement du zinc polycristallin à différentes vitesses de déformation. Ils trouvent que, comme pour l'influence de la taille de grain, les modes de déformation non-basals se manifestent d'autant plus que le vitesse de déformation est élevée. Là encore la mise en évidence a lieu grâce au maclage; l'activité du glissement pyramidal π_2 s'en déduit par similitude avec les propriétés cristallographiques et des valeurs d'activation du maclage.

c) Influence de la température

Le zinc présente un point de fusion très bas ($T_f = 419, 5^\circ C = 693^\circ K$). Aussi dès la température ambiante, on observe des phénomènes de restauration qui se manifestent par l'élimination des empilements de dislocations aux joints des grains. C'est ce que Jacquerie appelle le fluage des joints de grains [Jacquerie, 1966]. Il confirme en cela les résultats de Cottrell obtenus lors d'essais de fluage à 100°C [Cottrell and Aytekin, 1960].

La **recristallisation** dynamique dès la température ambiante est un des effets de la faible température de fusion du zinc. De nombreux auteurs ont constaté de l'adoucissement sur du zinc déformé à de forts taux de déformation. C'est par exemple le cas de Chadwick [Chadwick, 1953] qui a été le premier à montrer que le zinc laminé présente un maximum de dureté (qu'on peut identifier à la limite d'écoulement) en fonction de la déformation mesurée. Doublier a montré [Doublier, 1973] que ce maximum variait avec la température de laminage : à 0 °C, il se situe à 35% de réduction tandis qu'à 100°C, il n'est plus qu'à 20%. Elle montre de même qu'un recuit peut faire chuter

ces valeurs et ce d'autant plus efficacement que le maximum d'écrouissage a été franchi. A cela correspondent des évolutions microstructurales qui sont dues à de la recristallisation dynamique (dans le sens d'une diminution de la taille de grain) : le laminage de zinc pur à 25 °C entraîne un début de recristallisation dès 15% de déformation ; elle est complétement achevée à 50% de déformation. Après cela, on n'observe plus de variation microstructurale importante. Ces résultats sont fortement dépendants de la pureté du zinc.

Jacquerie [Jacquerie, 1966] a réalisé des essais de compression sur du zinc pur pour des températures comprises entre 100°C et 250°C : il montre que la sensibilité à la vitesse de déformation du polycristal de zinc varie fortement avec la température. Contrairement aux comportements plus classiques, elle décroît lorsque la température augmente. Il attribue cet effet au **glissement intergranulaire** qui se produit dans le zinc pour les hautes températures. Il montre aussi que l'augmentation de température tend à inhiber le maclage.

II.4 Les revêtements de zinc sur tôles galvanisées

Les revêtements constituent une valeur ajoutée importante de nombreux produits : ils peuvent avoir une fonction thermique, chimique, esthétique, mécanique, etc. La galvanisation des tôles d'acier permet de les protéger de la corrosion ; aujourd'hui, les constructeurs automobiles garantissent courammment leurs véhicules contre la corrosion pendant 12 ans.

Les revêtements à base de zinc varient beaucoup dans leur métallurgie et dans leurs applications. Parmi les grandes classes de revêtements étudiés dans la littérature, on distingue les électro-galvanisés dont il ne sera pas question ici, les revêtements galvanisés au trempé (*hot-dip* en anglais). Parmi ces revêtements, on distingue les produits galvanisés dont l'alliation avec l'aluminium ne dépasse pas les 1% en masse, les produits à revêtement recuit (galvannealed) ainsi que les produits fortement alliés tels que le Galfan (5% d'aluminium en masse) ou le galvalume (55% d'aluminium en masse). Nous nous concentrerons pour notre part sur les produits galvanisés.

II.4.1 Métallurgie et cristallographie des revêtements de zinc

De nombreux paramètres influent sur les propriétés physiques et mécaniques des revêtements de zinc. Ainsi les éléments d'alliage du substrat (tels que le titane, le niobium, le phosphore) ainsi que la taille des grains du substrat influencent la microstructure du revêtement considéré [Jordan and Marder, 1997]. Les propriétés recherchées pour les revêtements de zinc sont, suivant les industries auxquelles on les destine, la résistance à la corrosion bien sûr, mais aussi la formabilité, la soudabilité ainsi que la "paintabilité". L'influence de la métallurgie et de la microstructure des revêtements de zinc sur la résistance à la corrosion de ces derniers constitue une science en soi : on renvoie donc le lecteur vers les auteurs spécialisés [Marder, 2000, Goodwin, 1990]. De même, on ne va pas s'étendre sur la soudabilité et la paintabilité : en ce qui concerne la première, le principal problème réside dans la dégradation des électrodes. La durée de vie des électrodes peut être divisée par 10 voire 100 [Howe and Kelley, 1988]. Dupuy a montré que trois mécanismes participent à l'érosion des électrodes : extrusion, écaillage et laitonnage des intermétalliques cuivre-fer-zinc issus des réactions de diffusion [Dupuy, 1998], le laitonnage étant propre aux produits galvanisés et dû à la couche intermétallique de Fe 2Al5 qui empêche la migration du fer. Les revêtements électrozingué et galvannealed ont des cinétiques de dégradation identiques et lentes : au cours du soudage, l'électrozingué se transforme en galvannealed, lequel n'est pas sujet au laitonnage. Enfin en ce qui concerne la paintabilité, les études se concentrent sur l'influence de la taille de grains des revêtements [Leidheiser and Kim, 1976] ainsi que sur les pré-traitements chimiques à effectuer avant les opérations de peinture ([Handbook, 1994]).

Enfin vient la propriété qui nous intéresse le plus : la formabilité, ce que l'on peut traduire, dans l'esprit de ce travail, par comportement et endommagement en tenant compte du contact tôle/outil. Etant donné que l'étude du contact est encore assez limitée, nous nous concentrerons sur l'étude sans contact. La plupart des articles qui s'intéressent aux déformations des revêtements de zinc des tôles d'acier considèrent trois voire quatre paramètres : la composition chimique, le présence d'intermétalliques, la taille de grains et la texture. Le but est de relier ces quatre paramètres à l'endommagement observé lors d'essais sévères.

En ce qui concerne le premier paramètre, on a très rapidement compris que certains éléments avaient des effets très fragilisants notamment aux joints de grains. Parmi ceux-ci le plus souvent cité est le plomb qui ségrège aux joints de grains.

Le second paramètre a attiré pendant longtemps toutes les attentions des observateurs de l'endommagement. La présence d'intermétalliques, dans ce cas des composés fragiles Fe–Zn, réduit en effet considérablement la ductilité des revêtements galvanisés. Ces études qui se concentrent au début des années 80 présentent des conclusions qui

II.4. LES REVÊTEMENTS DE ZINC SUR TÔLES GALVANISÉES

apparaissent aujourd'hui obsolètes [Stevenson, 1985, Gronostajski et al., 1990]. Le problème est devenu différent avec l'introduction d'aluminium dans le bain de galvanisation à un taux tel qu'une couche d'intermétalliques Fe_2Al_5 se forme et empèche la migration des atomes de zinc vers le substrat ferritique. Cette méthode basée sur une analyse fine du diagramme ternaire FeZnAl permet d'avoir une couche unique de zinc très faiblement allié en aluminium dans l'ensemble du revêtement [Leprêtre, 1996, Karduck et al., 1997, Kato et al., 2000]. Cette couche d'intermétalliques, extrêmement mince $(0, 2\mu m)$, possède de très bonnes propriétés d'adhérence et de déformabilité. La présence de phases intermétalliques fer-zinc fragiles reste, par contre, une réalité en ce qui concerne les revêtements galvannealed.

La taille de grains ne semble pas être un paramètre qui retienne l'attention des auteurs. Tous les travaux concluent, soit de manière explicite [Lietzau et al., 1998], soit de manière implicite [Shah et al., 1996], à la faible influence de la taille de grains.

Enfin le dernier paramètre, celui de la texture, est celui qui, à l'heure actuelle, retient toutes les attentions. De très nombreuses études soulignent l'intérêt [Mei and Morris, 1993] ou l'inconvénient [Lazik et al., 1996] d'une texture basale (i.e. des axes <u>c</u> normaux à la tôle). Pour les premiers, l'avantage vient du fait qu'une texture basale rend plus difficile les mécanismes de clivage, pour les seconds l'inconvénient vient d'un constat expérimental sur près de douze revêtements de zinc : ce sont les revêtements qui ont une texture basale qui s'endommagent le plus (car ils se déforment moins bien).

II.4.2 Comportement & Endommagement des tôles revêtues de zinc

L'étude de la déformation et de l'endommagement des revêtements de zinc lors de chargements mécaniques est encore assez limitée. Généralement elle se limite à des observations telles que compter les fissures après des essais relativement sévères. Les auteurs essayent, dans la limite du possible, de relier les paramètres dont on vient de parler aux observations faites.

Le travail de Lietzau *et al.* [Lietzau et al., 1998] est une bonne illustration de ce type d'approche : 4 à 5 revêtements sont caractérisés au sens de la taille de grains, de la composition chimique et de la texture. Les auteurs avancent que l'on observe de la décohésion intergranulaire qui précède toute déformation et ce quasiment sur chaque revêtement. Cette décohésion serait due à la différence entre les coefficients de dilation thermique du substrat et du zinc. Ces fissures s'ouvrent au fur et à mesure que la déformation augmente. Ils remarquent également qu'à de forts taux de déformation, certains revêtements clivent. Selon eux, les grains qui maclent ne présentent pas de fissures de clivage.

Shah *et al.* adoptent une approche similaire [Shah et al., 1996]. Leur travail est cependant plus illustré et de nombreuses micrographies montrent les différents modes de déformation rencontrés. Les conclusions sont par contre identiques et très descriptives : la texture est le seul paramètre dont ils soulignent l'effet. D'autres auteurs encore tels que Pak et Meshii [Pak and Meshii, 1990] réalisent des études équivalentes sur des revêtements électro-galvanisés qui permettent de mieux contrôler la texture des revêtements.

Maeda et al. [Maeda et al., 1996] ont étudié deux revêtements de zinc : le premier avec une structure similaire à celle étudiée dans ce travail et le second ayant subi un brossage qui fait recristalliser en partie le matériau et cause une perte de revêtement d'environ $10g.m^{-2}$ (pour un poids initial de revêtement de $130g.m^{-2}$ par face) ainsi qu'un endommagement superficiel sous forme de rayures. Deux types de chargement sont opérés : un essai de traction uniaxiale de 25% ainsi qu'un essai de pliage à 180°. Les auteurs font les remarques suivantes :

- Dans le cas des essais de traction :
 - L'échantillon n'ayant pas subi de brossage s'endommage fortement au niveau des joints de grains. On observe peu de maclage nouveau; par contre, les macles antérieures à la sollicitation croissent, ce qui est confirmé par des mesures de texture.
 - L'échantillon ayant subi le brossage présente un endommagement aux joints fort réduit; sa texture n'évolue pas avec la déformation :
 - Elle est initialement moins "basale" que celle du matériau non brossé et plus "pyramidale".
 - Le revêtement ne macle pas.
 - Des microfissures sont visibles au droit des rayures induites par le brossage.
- Dans le cas des essais de pliage :
 - Les échantillons n'ayant pas subi de brossage montrent de larges fissures transgranulaires. On assiste de plus à la germination de nouvelles macles.
 - Les échantillons brossés : on n'observe pas de grandes fissures de clivage mais de nombreuses petites fissures.

Les travaux de Behm et Mareuse, [Mareuse and Behm, 1996] ont porté sur la dégradation des revêtements galvanisés et autres revêtements de la gamme SOLLAC. L'approche adoptée lors de ces travaux est originale et

a permis, grâce à des essais d'emboutissage réalisés sur des éprouvettes Nakazima, de tracer des courbes limite d'endommagement (CLE), dans le plan $(\varepsilon_1, \varepsilon_2)$ des déformations principales. Les éprouvettes utilisées permettent de parcourir tout le domaine défini par $(\varepsilon_1, \varepsilon_2)$, de la traction simple, à l'expansion équibiaxiale. Le même type d'approche est employé par Gronostajski et ses collaborateurs [Gronostajski et al., 1990]; ils aboutissent aux mêmes conclusions : l'endommagement est bien plus sévère dans le cas d'une sollicitation de type expansion, que dans le cas d'une sollicitation de traction simple. Le matériau qui fait l'objet de notre étude présente l'un des meilleurs comportements mécaniques puisque les auteurs rapportent que ce revêtement s'amincit et accommode les déformations avant de se fissurer et ce pour des valeurs de déformation importantes. Ainsi, les CLE montrent que ce matériau présente un bon comportement au formage au-delà de 25% de déformation en traction simple et jusqu'à 20% de déformation équivalente en expansion équibiaxiale. Signalons que l'on appelle bon comportement, l'absence de fissures traversant le revêtement ; en effet, les auteurs notent cependant la présence de décohésion intergranulaire, ainsi que la présence de fissures transgranulaires pour de forts taux d'expansion.

En conclusion

L'analyse de la microstructure des revêtements étudiés, nous a amené à considérer la littérature du monocristal de zinc, du polycristal de zinc et du zinc en tant que revêtement. Les principaux enseignements sont :

- On connaît mieux le comportement mécanique du monocristal de zinc. En particulier, on sait qu'il se déforme environ 10 fois plus facilement par glissement basal que par les autres modes de déformation tels que le glissement pyramidal π₂ et le maclage.
- Nous avons identifié une loi de comportement du monocristal de zinc à partir d'une large revue bibliographique.
- Les grains des tôles de zinc massif obtenues par laminage, se déforment également plus par glissement basal. Cela dépend cependant de la direction de sollicitation : a priori, l'activité des systèmes non-basals est plus forte pour une traction dans le sens travers au sens de laminage.
- Les études sur le comportement du zinc en tant que revêtement ne reposent pas sur une analyse très fine; elles sont centrées sur un endommagement mal défini, après des sollicitations sévères.

Chapitre -III-

Matériaux et méthodes expérimentales

Dans ce chapitre, sont présentées les diverses méthodes expérimentales (dont les méthodes d'identification des modes de déformation ainsi que les conventions de comptage de ces identifications) utilisées dans les chapitres ultérieurs, ainsi que les conditions d'essais (dont les plans des éprouvettes). Dans la suite, on renverra systématiquement le lecteur à ce chapitre.

L'ensemble des matériaux étudiés sont caractérisés : leur composition chimique, leur microstructure, leur texture et certaines caractéristiques mécaniques. De même que pour les méthodes expérimentales, aucun rappel ne sera fait dans la suite ; pour la caractérisation des matériaux, on se reportera systématiquement à ce chapitre.

III.1 Méthodes expérimentales

Où l'on détaille l'ensemble des procédures expérimentales utilisées dans ce travail. On trouvera en particulier les conventions de comptage des lignes de glissement (et du maclage) de l'analyse des modes de déformation des grains de zinc.

III.1.1 Caractérisation microstructurale

a) Microscopie optique en lumière polarisée

La microscopie optique en lumière polarisée (analyseur et polariseur) s'est avérée être un outil essentiel pour la caractérisation métallographique des revêtements de zinc. Cette technique permet de différencier les grains d'orientations cristallographiques différentes. On ajoute ainsi une information (relative) d'orientation à l'information morphologique des grains observés. Les hexagonaux compacts sont particulièrement connus pour être faciles à observer en lumière polarisée. La figure III.1 montre l'application sur un revêtement de zinc.

b) La Diffraction des Electrons Rétrodiffusés (Electron Back-Scattered Diffraction)

Cette technique dont on détaille les principes dans l'annexe A-IV, permet de connaître l'orientation cristalline d'une quantité de matière d'un volume inférieur à $1\mu m^3$.

A l'aide d'une caméra ultra sensible et dans des conditions opératoires très strictes, on peut collecter les électrons secondaires diffractés par la matière sous le faisceau du MEB. Ces électrons, qui vérifient les conditions de Bragg, sont situés le long de cônes de diffraction qui, interceptés par un écran lointain, donnent des lignes : ce sont les lignes de Kikuchi.

C'est ce signal qu'il faut savoir traiter : une bonne analyse EBSD est celle qui détermine le triplet d'angles d'Euler (au sens de Bunge) (ϕ_1, Φ, ϕ_2) qui permet de reconstruire les lignes de Kikuchi expérimentalement observées. Un exemple d'une telle indexation est fournie figure III.2.

Afin d'obtenir le meilleur signal possible, les conditions d'observation sont les suivantes : tension de 20 kV, tilt de 70°, et ouverture de diaphragme maximum. Pour des échantillons pas trop encombrants, la distance de travail est fixée à 19 mm. Ces conditions d'utilisation peuvent être changées si les échantillons introduits dans la chambre du MEB sont d'un encombrement trop important. C'est le cas pour les éprouvettes destinées à la traction large et à l'expansion équibiaxale. Dans ce cas, l'angle de tilt n'est plus que de 63° et la distance de travail est de 25mm. Il en résulte une acquisition plus lente (car on a un signal plus faible). En conséquence, on observe un effet d'hystérèse qui se manifeste par des "traînées" dues au balayage du faisceau du MEB.

Les triangles standards de toutes les cartographies EBSD se trouvent dans la partie de ce manuscrit ainsi que dans la partie A-IV.

c) Les fissures de clivage par analyse d'images

Un module d'analyse d'images a été développé afin de compter les fissures apparues sur les revêtements, au cours des essais mécaniques. Ce module permet de discriminer les fissures droites, de clivage, des fissures sinueuses qui correspondent à des ruptures intergranulaires. La figure III.3 montre une partie de revêtement où deux grains apparaissent bien dessinés par les ruptures intergranulaires. Dans ces deux grains, on note la présence de fissures de clivage. La discrimination entre fissures droites et fissures sinueuses, se fait sur le coefficient de correlation. Si ce coefficient tend vers l'infini (cas des fissures horizontales ou verticales), la discrimination se fait sur les écarts–types σ_x et σ_y . Le critère fixé pour faire passer une fissure d'une forme sinueuse vers une forme droite dépend de la longueur de la fissure : plus la fissure est longue, plus le coefficient de corrélation doit être proche de 1. Si une longue fissure n'est pas droite, elle est dite sinueuse et divisée en plusieurs sous–fissures. Ces sous–fissures sous–fissures qui "apparaîssent" droites, consécutives, on teste le caractère droit de leur union. Ainsi on tient compte des cas où les fissures de clivage joignent un (des) joint(s) de grains rompu(s). On a donc, en sortie, deux fichiers : l'un pour les fissures droites, l'autre pour les fissures sinueuses. Ce dernier n'est finalement pas analysé, du fait que le polissage électrochimique biaise ses résultats. Cette remarque n'est pas vraie pour les fissures de clivage puisque l'on ne s'intéresse pas à leur largeur.



FIG. III.1 – Microstructure de zinc obtenue par observation en microscopie optique en lumière polarisée



FIG. III.2 – Clichés de diffraction (lignes de Kikuchi) obtenus par EBSD : (a) cliché sans indexation – (b) indexation proposée par le logiciel OIM (Orientation Indexing Microscopy), [OIM, 1998]



FIG. III.3 – Exemple de fissures reconnues par analyse d'images – discrimination fissures droites, fissures sinueuses – le grain fait 500µm

III.1.2 Essais mécaniques

a) Traction simple

Les essais de traction ont été réalisés sur une machine Instron équipée d'une cellule d'une capacité de 500daN. Les éprouvettes sont instrumentées avec deux systèmes d'extensométrie : un premier très précis allant jusqu'à des déformations de 15%, un second pour les grandes déformations qui permet d'atteindre des déformations supérieures à 50% (figure III.4).

Les essais grâce auxquels le comportement de l'acier a été identifié ont été instrumentés avec des jauges acceptant jusqu'à 5% de déformation (figure III.5).

La géométrie des éprouvettes de traction simple est donnée sur la figure III.6. Cette géométrie est largement utilisée au sein du groupe USINOR. L'épaisseur est donnée par l'épaisseur de la tôle.

Des essais de traction simple ont également été réalisés sur du zinc **massif** fourni par le CED. Ce matériau laminé et recuit par nos soins étant en quantité moins importante, une géométrie plus petite d'éprouvette de traction a été adoptée (figure III.7).

Un autre type d'éprouvette a été utilisé : ce sont les éprouvettes de traction *in situ* dans la chambre d'un M.E.B (figure III.8). Ces éprouvettes ont permis de voir certains modes de déformation en continu; elles ont également permis de réduire la zone utile de revêtement observée. De la sorte, nous avons pu réaliser des maillages multicristallins (quelques grains) issus de microstructures réelles avec de vraies conditions aux bords. L'épaisseur des éprouvettes est celle de la tôle.

b) Essais biaxiaux

Les essais biaxiés ont été réalisés sur une presse Erichsen (figure III.9) installée au CED de Montataire du groupe USINOR. Cette presse que nous avons utilisée avec des joncs d'arrêt contre la matrice (ce qui exclut le rétreint) permet de réaliser des essais couvrant l'ensemble du champ des déformations de la traction large (ou plane) ($\varepsilon_{11} > 0$ et $\varepsilon_{22} = 0$) à l'expansion équibiaxiale ($\varepsilon_{11} = \varepsilon_{22} > 0$).

Les mesures de déformations se font alors grâce à un réseau de cercles de 3mm de diamètre dont on mesure optiquement les déformations après essai. Ces réseaux sont déposés électrolytiquement en faisant passer un courant entre la trame et la tôle, elle même reliée à la masse. Ces mesures sont précises à $\pm 0.02mm$ soit $\pm 1.3\%$. La figure III.10 montre un tel réseau avant (a) et après déformation en traction large (b). La taille des échantillons est de 64mmx45mm dans le cas de la traction large et de 64mmx64mm dans le cas de l'expansion équibiaxiale.

La vitesse de déformation ne peut être mesurée de façon exacte : on connaît la vitesse de pénétration du poinçon qui est constante. On ne peut que considérer une vitesse moyenne de déformation plastique. Elle est de l'ordre de $\dot{\epsilon} = 10^{-4} s^{-1}$.

III.1.3 L'identification des modes de déformation

a) Le glissement

La technique est détaillée dans l'annexe A-V.

La détermination des systèmes de glissement actifs se fait en combinant l'information fournie par EBSD à celles obtenues par observation au MEB et en microscopie optique. L'EBSD nous permet d'accéder au triplet des angles d'Euler (ϕ_1 , Φ , ϕ_2) qui caractérise l'orientation du cristal (i.e. un grain particulier dans un polycristal) par rapport au repère macroscopique (RD,TD,ND). Les résultats sont fournis sous forme de cartographies où les grains, donc la microstructure, sont différenciés selon leur orientation cristallographique. On attribue alors une lettre à chaque grain (dans l'ordre lexicographique : A, B, C, ..., Y, Z, AA, AB, AC, ...). Connaissant l'orientation de ces grains, on calcule les intersections des plans de glissement du grain de zinc avec le plan d'observation (RD,TD). On regarde quelles sont les traces du (des) plan(s) les plus proches des traces de glissement expérimentales. Cette méthode n'est pas toujours univoque puisque deux plans de glissement différents peuvent avoir des traces de glissement très proches. Cependant dans le cas du zinc, pour les systèmes de glissement non-basals, la détermination d'un plan de glissement est équivalente à la détermination d'un système de glissement dans x grains (même si on a plusieurs systèmes basals actifs par trace au sein d'un grain ; cette dernière remarque ne s'applique pas au cas des systèmes de glissement non-basals).

Voyons un exemple didactique : imaginons que l'on ait 3 grains : A possède des traces de glissement qui correspondent au plan basal (0001) et ce de façon certaine (on dira sans ambiguïté) ainsi que des traces de



FIG. III.4 – Montage des essais de traction avec acquisition numérique (a) et système d'extensométrie double (b)



FIG. III.5 – Montage expérimental des essais de traction avec jauges



FIG. III.6 – Géométrie des éprouvettes de traction utilisées pour les essais sur tôle d'acier revêtu



FIG. III.7 – Plan des éprouvettes de traction utilisées pour le zinc massif. L'épaisseur est de l'ordre de 1mm



FIG. III.8 – Eprouvette de traction in situ



FIG. III.9 – Presse Erichsen servant à réaliser les essais biaxiaux

glissement proches des projections des plans pyramidaux π_2 (1122) et (1122), B se déforme selon (1122) (π_2), sans ambiguïté et selon (1122) (π_2) ou (1010) (prismatique), avec ambiguïté, et C se déforme selon (1012) (maclage) et (0001) (basal) ou (1010) (prismatique). On dira alors que l'on a 6 modes de déformation pour 3 grains : une macle (soit 100/6=17% des cas, du glissement basal (idem) et du glissement pyramidal π_2 (idem), sans ambiguïté. Restent 50% des cas qui sont ambigüs : parmis ces 50% on a 50% des propositions qui sont du glissement pyramidal π_2 , 33% des propositions qui sont du glissement prismatique et 17% des propositions qui sont du glissement basal.

Les figures III.11 et III.12 montrent respectivement la cartographie EBSD et l'analyse des plans de glissement actifs d'un échantillon de zinc massif sollicité en traction simple.

b) Le maclage

Une première solution consiste à traiter le maclage de la même manière que le glissement. Le même inconvénient de non-unicité de la solution persiste alors.

Une seconde solution consiste à chercher les relations d'orientation qui existent entre les triplets d'angles d'Euler du cristal mère $(\phi_1, \Phi, \phi_2)_m$ et de la macle $(\phi_1, \Phi, \phi_2)_t$. Ces relations ne sont pas uniques puisqu'elles sont déterminées aux symétries du cristal près. Il y a donc 24 possibilités de relation d'orientation pour deux triplets d'angles d'Euler donnés. Parmi ces 24 possibilités, l'expérience a montré qu'une seule correspondait à une relation du type *rotation de* 180° *autour d'une direction de maclage*, relation caractéristique du maclage. L'axe de rotation identifié nous fournit alors le système de maclage actif. L'annexe A-V.2 revient plus longuement sur cette procédure.

c) Les limites

L'ensemble des méthodes expérimentales qui viennent d'être explicitées présente des limites :

- Les mesures de déformations à l'aide des réseaux de cercles sont relativement imprécises. En particulier si l'on s'intéresse aux modes de déformation associés à de faibles taux de déformation (i.e. de l'ordre de 1%).
- L'indétermination des modes de déformation a deux origines :
 - Les plans cristallographiques dont les traces sur le plan (RD,TD) sont très proches ; on peut avoir 3 plans, voire plus dans un secteur angulaire de moins de 5°.
 - Les sources d'erreurs angulaires sont importantes dans ce processus : angles d'Euler théoriquement au degré près, alignement de l'échantillon selon le repère macroscopique du MEB, relevé des traces de glissement en microscopie optique.
- Lorsque la microstructure devient trop complexe, l'analyse EBSD que requiert l'identification des modes de déformation peut atteindre des temps rédhibitoires de plusieurs jours. C'est en particulier le cas pour les revêtements de zinc *skin-passé*, présentés plus loin, qui possède une taille de grains de l'ordre de 500µm ainsi qu'une sous-structure liée au maclage. Cette sous-structure nous oblige à descendre à des pas de faisceau de l'ordre de 2µm soit un temps d'analyse de l'ordre de 300 heures pour 10 grains...
- La rugosité des surfaces analysées par EBSD est source d'erreur dans la détermination des angles d'Euler (le signal qui frappe la caméra n'est plus orienté de manière optimum et son maximum n'atteint pas la caméra ultra-sensible) ainsi que dans la projection des plans de glissement sur la surface d'observation (on fait l'hypothèse que le plan d'observation est le plan (RD,TD), ce qui n'est plus localement vrai sur une surface rugueuse).

III.2 Matériaux étudiés

Nous allons à présent passer en revue les différents matériaux étudiés pour ce travail. Les tôles revêtues vendues par USINOR subissent, en fin de chaîne de fabrication (le zinc est déjà déposé) un léger laminage que l'on nomme *skin–pass*. Nous allons différencier les tôles ayant subi ce laminage de 1,3% d'allongement que l'on note **SK**, des tôles n'ayant pas subi ce laminage que l'on note **NSK**.

III.2.1 Substrat

a) Composition chimique et microstructure

Le substrat, un acier IF (*interstitial free*) au titane, est un acier ferritique à très bas carbone. On donne la composition d'un tel acier dans le tableau III.1. L'ajout de titane permet de faire précipiter les atomes de carbone



FIG. III.10 -(a) réseau de cercles de 3mm de diamètre grâce auquel on mesure les déformations lors des essais biaxiaux -(b) après traction large



FIG. III.11 – Analyse EBSD d'une partie d'éprouvette de traction simple de zinc massif avant toute déformation

С	Ti	Р	Si	Ni	Cr	Cu	Sn	Nb	V	Mn	S	Zn	Al	Fe
2,2	52	8	15	19	14	8	2	2	2	132	8	/	40	

TAB. III.1 – Composition chimique pondérale du substrat ferritique en millièmes de pourcent

qui subsistent, sous forme de carbures de titane.

La microstructure du substrat ferritique a été analysée par microscopie optique après réalisation d'un polissage mécanique jusqu'au drap de $1\mu m$ puis après attaque chimique (attaque Marshall) dont on donne la composition chimique ci-dessous. On respectera l'ordre de mélange des produits. L'attaque se fait par trempés de quelques secondes. Composition de l'attaque Marshall :

- 1. Eau distillée (50ml)
- 2. Acide oxalique (4g)
- 3. Acide sulfurique (2,5ml)
- 4. Péroxyde d'hydrogène (50ml)

La taille de grain du substrat ferritique a été déterminée; elle est de l'ordre de 10µm. Cela signifie que dans l'épaisseur de la tôle, nous avons entre 50 et 100 grains de ferrite. Les grains apparaissent équiaxes (figure III.13).

b) Texture

Des mesures de texture du substrat ferritique ont été effectuées par diffraction des rayons X par H.Réglé à l'IRSID¹. Les résultats sont présentés sur la figure III.14. Sur les figures de pôle, on compte 200 projections, chacune possédant une taille proportionnelle à la fraction volumique de la direction projetée. Les axes 1 et 2 correspondent resp. au sens de laminage et au sens travers. Ces figures montrent que les tôles présentent une symétrie orthotrope classique des tôles laminées.

c) Propriétés mécaniques

La tôle *skin–passée* a été testée en traction simple à diverses vitesses de déformation et selon les directions RD (*rolling direction*), TD (*transverse direction*) et DD à 45° des directions RD et TD. La figure III.15 montre l'effet d'anisotropie associé à ces trois directions, pour une vitesse de déformation de $\dot{\epsilon}_{33} = 2.10^{-3}s^{-1}$. La figure III.16 montre la sensibilité à la vitesse de la tôle pour des vitesses comprises entre $2.10^{-3}s^{-1}$ et $1,4.10^{-2}s^{-1}$ (les essais sont réalisés dans le sens diagonal (DD)). La limite d'élasticité est de l'ordre de 150MPa et l'allongement à rupture est de l'ordre de 50%.

d) Identification d'une loi de comportement

L'identification du comportement mécanique du substrat ferritique a été réalisée sur un échantillon non *skin*passé à l'aide d'essais de traction instrumentés avec jauges. La couche de zinc a été dissoute pour ces essais. Les jauges, qui supportent un allongement de l'ordre de 5%, sont collées dans le sens long et le sens travers des éprouvettes, elles-mêmes prélevées dans les sens long (RD), travers (TD) et diagonal (DD) de la tôle. Les essais sont réalisés à vitesse de déformation imposée, à $\dot{\varepsilon} = 1, 1.10^{-4}s^{-1}$.

Le choix de réaliser cette identification sur le substrat du matériau non *skin-passé* plutôt que sur le substrat du matériau *skin-passé* a été dicté par la faisabilité des modélisations multicristallines inspirées de microstructures réelles et dont l'intérêt est souligné dans le chapitre VIII.2. En effet, la microstructure du revêtement **SK** est trop maclée pour permettre une analyse EBSD qui nous assure l'obtention d'un maillage représentatif, c'est-à-dire avec un nombre de grains suffisants.

Les résultats expérimentaux sont donnés² sur les figures III.17 et III.18. Sur la figure III.17, on peut remarquer que le substrat présente un comportement mécanique orthotrope. Son coefficient de Lankford (i.e. le rapport $\varepsilon_{22}/\varepsilon_{33}$) est de 2,04 en moyenne : il est de 1,855 dans le sens long, de 2 de le sens diagonal et de 2,3 dans le sens travers, soit un $r = \frac{r_{rd} + r_{td} + 2r_{dd}}{4}$ de 2,04. Remarquons également que comme il s'agit d'un substrat n'ayant pas subi l'opération de *skin-pass* (i.e. un faible laminage de l'ordre de 1,3%) sa limite d'élasticité n'est plus que de l'ordre de 100MPa. On retrouve une limite d'élasticité de l'ordre de 150MPa après 1 à 2% de déformation.

¹Irsid, voie romaine, BP 30320, 57283 Maizières-lès-Metz Cedex, France.

 $^{^{2}}$ Un incident sur les jauges collées dans le sens de traction des deux éprouvettes prélevées dans le sens long, ne nous a pas permis d'avoir les déformation dans ce sens



FIG. III.12 – Détermination des plans et/ou systèmes de glissement des grains issus de l'analyse de la figure *III.11*



FIG. III.13 – Substrat ferritique



FIG. III.14 – Figures de pôle du substrat ferritique selon (111) et (220) pour les états skin–passés **SK** ((a) et (b)) et non skin–passés **NSK** ((c) et (d)) – 200 orientations – diffraction des rayons X



FIG. III.15 – *Essais de traction suivant le sens long, le sens travers et le sens diagonal du substrat ferritique* **SK**. $\dot{\epsilon}_{33} = 2.10^{-3}s^{-1}$



FIG. III.16 – Essais de traction suivant le sens diagonal à différentes vitesses de sollicitation du substrat ferritique **SK**

Ces données expérimentales ont permis d'obtenir un modèle de comportement de l'acier polycristallin. Le modèle retenu est un critère orthotrope de Hill [Hill, 1950] qui, dans le repère de la tôle (RD,TD,ND) \equiv (1,2,3), se présente sous la forme :

$$f = \left(\frac{3}{2}s : H : s\right)^{0,5} - R = \left(\frac{3}{2}\left[as_{11}^2 + bs_{22}^2 + cs_{33}^2 + 2\left(ds_{12}^2 + es_{23}^2 + fs_{31}^2\right)\right]\right)^{0,5} - R$$
(III.1)

<u>s</u> étant le déviateur du tenseur des contraintes : $\underline{s} = \underline{\sigma} - \frac{1}{3}Tr(\underline{\sigma})\underline{1}$. Lorsque les six coefficients sont égaux à 1, on retrouve le critère de von Mises : c'est le cas de l'isotropie.

Etant données nos conditions d'essai, seuls les coefficients a, b, c et d sont identifiables. Les coefficients e et f sont arbitrairement pris égaux à 1. On fixe R_0 égal à 85MPa puisque les coefficients R_0, a, b, c et d ne peuvent varier indépendamment. L'identification a été réalisée sur le logiciel ZéBuLoN et a donné les résultats suivants ³

$$a = 0,94b = 1,04c = 0,27d = 0,9$$
 (III.2)

associé au modèle d'écrouissage isotrope non linéaire donnant l'évolution de la contrainte d'écoulement en fonction du taux de déformation cumulée p [Lemaître and Chaboche, 1985] :

$$R = R_0 + Q\left(1 - e^{-bp}\right) \tag{III.3}$$

on trouve :

$$\begin{cases}
R_0 = 85MPa \\
Q = 210, 6MPa \\
b = 17, 3
\end{cases}$$
(III.4)

avec une loi d'écoulement plastique de type Norton (f est défini par l'équation III.1):

$$\dot{\varepsilon}^{p} = \left\langle \frac{f}{K} \right\rangle^{n} \frac{\partial f}{\partial \varsigma}, \text{ avec } \langle g \rangle = Max(0,g)$$
(III.5)

on trouve :

$$\begin{cases} K = 200MPa.s^{1/n} \\ n = 3 \end{cases}$$
(III.6)

On a ainsi pu prendre en compte le caractère anisotrope du comportement mécanique de la tôle ainsi que son caractère visqueux mis en évidence à la figure III.16.

Sur la figure III.18, on peut apprécier la confrontation modélisation/expériences. Les limites d'élasticité dans le sens long, dans le sens diagonal et dans le sens large, sont respectivement de 93,5MPa, 95MPa et 90MPa.

³Une première identification a été réalisée sur un substrat dont le comportement mécanique était quasiment isotrope : les valeurs étaient de $(a, b, c, d) \equiv (1.105, 1.126, 1., 1.080)$ avec $(R_0, Q_1, b_1, Q_2, b_2) \equiv (107MPa, 170MPa, 19.1, 60MPa, 36.)$. Ces valeurs étaient obtenues en prenant conventionnellement c=1.



FIG. III.17 – *Résultats expérimentaux des essais de traction avec jauges sur substrat ferritique seul du matériau NSK. Les déformations* ε_{11} *du sens long n'ont pas été acquises par accident sur les jauges*

Zn	Al	Fe
99,22	0,5	0,28

TAB. III.2 – Composition chimique des revêtements de zinc **NSK** étudié (%wt) obtenue par dissolution des revêtements

Zn	Al	Fe		
99,79	0,20	0,015		

TAB. III.3 – Composition chimique pondérale des revêtements de zinc étudié (%W) selon la solubilité du fer et de l'aluminium dans le zinc

III.2.2 Revêtements de zinc

Plusieurs revêtements de zinc issus d'une même tôle ont été étudiés. Tous ont la même composition chimique ; ils ne diffèrent que par leur microstructure. Le premier d'entre eux, le revêtement Non *SKin–passé* ou **NSK** n'a rien subi au sortir du bain de galvanisation. Ses grains sont directement issus de la solidification. Comme on l'a vu dans la partie II.4, on s'attend à des grains très étalés et d'orientation basale. Le second revêtement étudié est le revêtement ayant subi le *SKin–pass* (laminage de faible amplitude sur la tôle déjà revêtue). On le note **SK**. Etant donnée la texture du revêtement Non *SKin–passé* **NSK**, on s'attend, pour le revêtement **SK** à une microstructure présentant des macles mécaniques. Enfin le troisième revêtement étudié est un revêtement *skin–passé* ayant subi en plus un traitement de recristallisation à 300°C pendant une heure. On le note **SKTT** comme *SKin–pass* + Traitement Thermique.

a) Revêtement Non SKin-passé – NSK

Composition chimique, microstructure et rugosité.

La tôle étudiée est composée d'un substrat ferritique qui est plongé dans un bain de galvanisation enrichi en aluminium. L'aluminium en présence réagit très rapidement avec le fer de la tôle pour former une couche de composés intermétalliques de Fe_2Al_5 d'une épaisseur de l'ordre de $0,2\mu m$ [Leprêtre, 1996, Kato et al., 2000]. Cette couche inhibe la migration des atomes de zinc vers l'interface et de ce fait évite la formation de composés fragiles fer/zinc. C'est la raison pour laquelle le revêtement n'est formé que d'une couche unique de zinc légèrement enrichie en aluminium et en fer (celui dissout dans le bain de galvanisation), de symétrie hexagonale compacte, dite phase η . Cette structure est symboliquement schématisée sur la figure III.19.

La composition chimique en poids du revêtement est donnée dans le tableau III.2⁴. Cette analyse chimique globale obtenue par dissolution est trop imprécise et il est difficile de déconvoluer la part du revêtement de celle de la couche intermétallique voire du substrat.

Aussi, afin d'avoir une information plus précise sur la composition dans sa globalité mais également afin de savoir s'il existe ou non des enrichissements locaux, un examen à la microsonde a été réalisé sur le revêtement **NSK**. Les résultats semblent montrer un enrichissement sous forme de cellules qui laisse penser que le liquide interdendritique est enrichi en éléments d'addition. Cela va dans le bon sens par rapport aux travaux de Strutzenberger et Faderl ([Strutzenberger and Faderl, 1998]). Cependant, on ne peut conclure de la sorte dès lors que l'information recueillie par la microsonde est dépendante de la rugosité de l'échantillon analysé. Or comme le montre la figure III.20 (c), la rugosité de l'échantillon est suffisamment importante pour engendrer de telles variations. La figure III.21 montre le même type d'analyse sur le revêtement **SK**. Dans ce cas précis, l'image obtenue en électrons rétrodiffusés se superpose parfaitement aux images III.21 (a) et (b) d'enrichissement local en aluminium et en fer du revêtement **SK**. On ne peut donc conclure quant à un tel enrichissement.

Une étude détaillée de la microstructure des revêtements de zinc étudiés nous a amené à constater l'absence de précipités de Fe_2Al_5 dans le "corps" des revêtements. On peut donc conclure que les concentrations en aluminium et en fer sont inférieures ou égales aux solubilités respectives de ces deux éléments dans le zinc. Pour la suite de ce travail, on les considérera comme égales (tableau III.3).

⁴Les valeurs indiquées correspondent aux moyennes entre la face supérieure et la face inférieure des revêtements des tôles. On entend par face supérieure, la face d'aspect "garanti". L'écart entre les deux faces peut atteindre jusqu'à 50%. Cet écart est très fortement influencé par l'épaisseur de la face de revêtement dissoute. Ceci confirme l'idée intuitive que ces valeurs intègrent une large partie de l'interface intermétallique.



FIG. III.18 – Acier nu de la tôle NSK : modélisation vs expériences. (a) sens long; (b) sens travers; (c) sens diagonal. On donne les valeurs de $-\varepsilon_{22}$







FIG. III.20 – *Résultats de l'examen à la microsonde sur le revêtement* **NSK** *montrant l'enrichissement en aluminium (a) et en fer (b); l'image en électrons rétro-diffusés (c)*


FIG. III.21 – *Résultats de l'examen à la microsonde sur le revêtement SK montrant un enrichissement local en aluminium (a) et en fer (en haut à droite); image en électrons rétro-diffusés (c)*

L'observation microstructurale du zinc est difficile car comme le montre la figure III.22, le revêtement possède une forte rugosité, ce qui rend son observation en microscopie optique problématique. La figure III.22 est obtenue par microscopie interférométrique qui offre une résolution de 1nm en z. La résolution dans le plan (x,y), liée au grossissement utilisé est par contre nettement moins bonne (de l'ordre de quelques microns pour les objectifs x20 ou x50). Ces essais ont été réalisées à l'IRSID⁵. Les écarts de hauteur les plus importants sont de l'ordre de 3 μ m avec une répétition du phénomène caractérisée par une longueur d'onde de l'ordre de la taille de grain, soit 500 μ m. Il a donc fallu développer une méthode de polissage du revêtement. Etant donnée l'épaisseur de la couche de zinc, tout polissage mécanique est exclu, ce dernier présentant de plus l'inconvénient d'activer le maclage puisque durant le polissage mécanique, vue la texture du revêtement, on comprime l'axe sénaire.

Nous avons donc établi des conditions opératoires pour le polissage électrolytique du zinc par le bain C_1^6 . Il faut dans un premier temps bien prendre garde de vernir les parties de l'échantillon où apparaît le substrat ferritique. Le vernis doit résister à l'alcool. Cette opération a pour but de ne pas introduire de perturbations électrochimiques locales durant le polissage. La composition du bain C_1 est la suivante :

- 1. Sulfocyanure de sodium (160g) ($NaSCN, 2H_20$)
- 2. Ethanol (800ml)
- 3. Glycol butylique (80ml) $(C_6H_{14}O_2)$
- 4. Eau distillée (20ml)

Le polissage se fait par quelques trempés (5 à 8) de 1 à 2 secondes chacun, sous une tension de 35V.

L'interféromètrie nous permet également d'avoir accès à l'ondulation initiale du revêtement. La figure III.23 montre que cette ondulation est de l'ordre de $6\mu m$ sur une longueur d'onde de l'ordre de 2,5mm. On rappelle que le revêtement possède une épaisseur de $10\mu m$. Cette ondulation a de multiples origines : ondulation de la tôle dans le process, flux d'air pour sécher le zinc juste après le trempé dans le bain de galvanisation, etc.

La figure III.24 montre une micrographie du zinc n'ayant pas subi l'opération de skin-pass. La structure dendritique apparaît très nettement. On remarque également que se manifeste une symétrie d'ordre 6 qui témoigne de la croissance des bras secondaires des dendrites selon les directions de type $< 10\overline{10} >$, et dont la régularité des angles, proches de $\frac{\pi}{3}$, laisse penser à une texture (0001). L'article de Strutzenberger ([Strutzenberger and Faderl, 1998]), montre que les tôles galvanisées présentent généralement une telle microstructure, c'est à dire des grains de taille importante dans le plan de la tôle mais d'épaisseur réduite. Ceci est en accord avec le modèle de solidification proposé qui, corroboré avec les expériences, montre que :

- Le gradient de température est maximum dans la direction normale à la tôle.
- La germination est hétérogène et a lieu à l'interface.
- Les grains solidifiés présentent une texture basale marquée qui optiquement se voit par la régularité des angles entre les bras secondaires des dendrites qui sont généralement des directions $< 10\overline{10} >$, d'où des angles de $\frac{\pi}{3}$ observés sur les micrographies de zinc **NSK**.
- Le liquide interdendritique est enrichi en éléments d'addition. La texture finale de ce liquide est également basale.
- Les éléments d'addition type Al et Pb, lorsque ce dernier est présent, se manifestent sous forme de paillettes dont la taille est liée à la concentration de ces éléments dans le bain.
- La taille des grains est corrélée à la vitesse de croissance des bras dendritiques secondaires.

D'après la figure III.24, la taille des grains de zinc (dans le plan de la tôle) est de 500 à 700 μm .

Texture

Comme nous venons de le voir, la taille de grain de ce revêtement est importante. En particulier cela pose problème pour l'obtention de texture via la technique de diffraction des rayons X. En estimant la taille de grains à $600\mu m$ de diamètre, ce sont $2,8cm^2$ de matière nécessaire à l'analyse de 1000 grains ! De fait les textures réalisées par diffraction des rayons X montrent un fort effet de taille de grains.

D'autres textures ont été réalisées par diffraction de neutrons, par M.H. Mathon du laboratoire Léon Brillouin au CEA Saclay⁷. La diffraction des neutrons permet d'analyser de très grands volumes. Cela présente l'avantage d'avoir un grand nombre de grains. En transmission, le signal du zinc est par contre noyé dans le signal du substrat qu'on ne peut éviter ! Aussi doit-on travailler en réflexion, ce qui nous oblige à nous contenter des 75 premiers degrés de la figure de pôles. En effet comme le montre la figure III.25 toute la couronne externe des figures de pôles

⁵Irsid, voie romaine, BP 30320, 57283 Maizières-lès-Metz Cedex, France.

⁶Un autre bain de polissage a été utilisé pour les micrographies des figures VII.4 à VII.7. Sa composition est : 300ml de GH_5O (éthanol), 500ml de H_3PO_3

⁷Laboratoire Léon Brillouin, CEA/Saclay, 91191 Gif-sur-Yvette Cedex, France.

nous est interdite. Or si on considère que seuls les signaux des figures de pôles (0001) et $\{10\overline{10}\}$ ont une amplitude suffisante, l'information fournie par les figures expérimentales ne permet pas de recalculer l'ensemble. En effet, considérant que l'on a une texture (0001) très marquée, les grains qui sont repérés dans la figure (0001) sont ceux qui se trouvent dans la couronne extérieure de la $(10\overline{10})$ et que l'on ne voit alors pas. De même pour les grains qui sont repérés dans la figure de pôle $\{10\overline{10}\}$: ils sont invisibles dans la figure de pôle (0001). La figure (0001) révèle donc une population A de grains tandis que la figure $\{10\overline{10}\}$ révèle une population B. A et B étant distincts et certainement fort différents. Aussi est-il impossible de reconstruire des données sur une population unique à partir de données indépendantes de deux populations bien distinctes. De fait les figures recalculées si elles ne sont pas trop fausses pour la figure (0001), donnent des coefficients d'erreur qui peuvent atteindre plusieurs centaines voire un millier de pourcents pour les figures différentes de (0001).

Aussi pour pallier ces difficultés mais également pour voir s'il existe au sein du revêtement des relations d'orientation entre grains voisins, des expériences d'EBSD ont été réalisées sur un matériau identique sur une surface de 2cmx0, 7cm = 1, $4cm^2$ avec un pointé tous les $120\mu m$. Les résultats fournis par la manipulation sont les suivants :

- 500 grains analysés
- Analyse locale de la texture : figure III.26
- Analyse globale de la texture : figure III.27

La texture est très marquée (0001) avec des pôles $\{2\overline{110}\}$ également assez fortement prononcés dans la direction de laminage du substrat ferritique. Le revêtement est donc parfaitement orienté pour macler lors d'une sollicitation de type *skin-pass* puisque lors de ce dernier, l'effort principal est appliqué en compression suivant l'axe <u>c</u>.

L'analyse de la taille de grains donne une taille de grains moyenne de $d = 600 \mu m$, avec d, le diamètre équivalent.

b) Revêtement skin-passé – SK

Microstructure et rugosité

La composition du revêtement SK étudié, obtenue par dissolution, diffère légèrement de celle du revêtement NSK. Cette composition étant à prendre avec les mêmes nuances que dans le cas NSK puisqu'elle aussi intègre une partie de la couche intermétallique. On retiendra donc une composition chimique identique à celle du cas NSK, avec des teneurs en aluminium et en fer égales à la solubilité de ces deux éléments dans le zinc (tableau III.3).

Le revêtement **SK** est identique au revêtement **NSK** avec en plus un laminage de faible amplitude dit *skin–pass*. Les rouleaux de laminage sont tramés ; cette trame imprime une rugosité donnée sur le revêtement.

La rugosité induite par le skin-pass a également été caractérisée par microscopie interférométrique. Les figures III.28 et III.29 montrent les résultats obtenus. Les écarts les plus importants sont de l'ordre de $4\mu m$, c'est à dire du même ordre de grandeur que sur la tôle **NSK**. Ils se répètent par contre sur une longueur d'onde nettement plus faible, de l'ordre de $60\mu m$.

L'observation microscopique en lumière polarisée différencie les grains d'orientation différente, ce qui permet bien évidemment de différencier les macles du cristal mère. Le revêtement **SK** apparaît très fortement maclé et ce selon plusieurs systèmes de maclage comme le montre la figure III.30. Il n'apparaît par contre pas de lignes de glissement, certainement effacées par le polissage électrochimique. La taille de grain de l'échantillon **SK** est identique à celle de l'échantillon **NSK**, de l'ordre de $600\mu m$.

Texture

Le *skin–pass*, puisqu'il active le maclage au sein des grains du revêtement de zinc, doit changer de façon notable sa texture. En effet, le revêtement NSK possédant une très grande majorité de ses grains avec un axe sénaire perpendiculaire au plan de la tôle, les macles mécaniques induites possèdent donc un axe sénaire dans le plan de la tôle. La figure III.31 montre la texture expérimentale du revêtement **SK** obtenue par EBSD. La densité d'axes <u>c</u> perpendiculaire à la tôle a baissé au tiers de sa valeur dans le cas **NSK**. Cet effet est entièrement dû au maclage.

La figure III.31 montre également que l'on n'observe pas de direction préférentielle des macles obtenues par *skin–pass*. En effet les figures de pôles $\{10\overline{10}\}$ et $\{11\overline{20}\}$ montrent des pôles nettement moins marqués que les figures équivalentes du revêtement **NSK** (figure III.27).

Zn	Al	Fe
99.79	0.2	0.014

TAB. III.4 – Composition chimique du zinc massif (%W)

c) Revêtement à petits grains - SKTT

Traitement thermo-mécanique

Le revêtement **SKTT** est obtenu par un traitement thermique de 1 heure à 300 °C sur la tôle revêtue et *skin–passée*. Comme le montrent les figures III.32 où sont détaillées différentes étapes de la recristallisation à différents temps de recuit, la germination des nouveaux grains a lieu aux intersections de macles issues du *skin–pass* et/ou macles/joint de grains. Après 1 heure de traitement, le revêtement est entièrement recristallisé.

Microstructure

La microstructure du revêtement dit "à petits grains" ou **SKTT** comme *SKin–passé* plus Traitement Thermique est composée de grains en forme de sou, d'environ $40\mu m$ (de 10 à $100\mu m$) de diamètre dans le plan de la tôle (figure III.33). Le revêtement reste monocristallin dans l'épaisseur (figure III.34).

Texture

La littérature n'indique rien sur les textures du zinc recristallisé après un très faible laminage (ce à quoi on peut assimiler le *skin–pass*). La figure III.35 donne la texture obtenue par EBSD. La comparaison avec la figure III.31 montre que la texture n'évolue que très peu au cours du traitement de recristallisation : on a toujours un axe <u>c</u> normal au plan de la tôle pour une grande majorité des grains et des pôles $\{10\overline{10}\}$ et $\{11\overline{20}\}$ assez peu marqués.

III.2.3 Zinc massif

Afin de mieux isoler l'effet du substrat des propriétés mécaniques intrinsèques des revêtements de zinc qui viennent d'être présentés, nous avons également étudié un zinc massif de composition chimique identique – ou supposée telle – à celle du zinc revêtement.

a) Composition chimique

La composition chimique du zinc massif est donnée dans le tableau III.4. Cette composition chimique est obtenue par dissolution. Elle ne peut-être soumise à caution puisqu'elle s'applique, cette fois-ci, à un matériau massif dont on explique l'élaboration dans le paragraphe suivant.

La figure III.36 montre deux analyses chimiques faites à la microsonde du zinc massif (à deux grossissements différents). On note la présence de particules formées de fer et d'aluminium. Ce sont des précipités – ou plaquettes, vue leur morphologie – de Fe_2Al_5 . Ces précipités sont localisés aux joints de grains.

b) Elaboration

Le zinc est fourni sous forme de lingots de 20cmx11cmx3cm. La microstructure issue de cette coulée est formée de grains basaltiques millimétriques voire centimétriques (figure III.37 (a)). Les macles de la figure III.37 (a) sont dues au polissage mécanique. Les lingots de zinc sont alors laminés à chaud (180 °C, $T/T_f = 0,65$) au laboratoire pour produire des largets. Les premières passes sont de 0,5mm. Une fois que le métal est recristallisé, on réalise des passes de 1mm (en pratique à partir de la 4^e passe). La microstructure à l'issue du laminage se trouve figure III.37 (b) : des grains allongés dans la direction de laminage et un état de maclage important.

c) Microstructure

Les largets sont alors portés à 300°C pendant 1 heure. Ce traitement thermique assure la recristallisation dans toute son épaisseur du zinc massif. La matériau obtenu possède une microstructure de grains équiaxes de diamètre compris entre 10 et $60\mu m$ (figure III.38).

d) Texture

La texture du zinc massif a été obtenue par EBSD (figure III.39). On retrouve une texture de laminage classique [Rogers and Roberts, 1967, Sztwiertnia et al., 1995, Doublier, 1973] des tôles de zinc recristallisées avec des axes c inclinés à 25° de part et d'autre de la normale à la tôle et dans la direction de laminage. Les pôles { $10\overline{10}$ } ne sont que très légèrement marqués, et là aussi dans une configuration attendue.



FIG. III.22 – Rugosité initiale du revêtement de zinc NSK obtenue par microscopie interférométrique







FIG. III.23 – Ondulation initiale du revêtement de zinc NSK obtenue par microscopie interférométrique



FIG. III.24 – Microstructure du revêtement de zinc NSK – observation avec lame 1/4 d'onde



FIG. III.25 – Figures de pôles expérimentales du zinc NSK obtenues par diffraction des neutrons. (a) figure (0001); (b) figure $\{10\overline{1}0\}$; (c) figure $\{10\overline{1}1\}$; (d) figure $\{10\overline{1}2\}$



FIG. III.26 – Cartographie EBSD pour texture d'un revêtement d'une tôle NSK. Zone analysée : 20mmx7mm



FIG. III.27 – Projection stéréographique en équidensité des orientations d'un revêtement d'une tôle NSK. Zone analysée : 20mmx7mm (voir figure III.26)



FIG. III.28 – Rugosité initiale du revêtement de zinc SK obtenue par microscopie interférométrique



FIG. III.29 – Rugosité initiale du revêtement de zinc SK obtenue par microscopie interferomètrique



FIG. III.30 – *Microstructure du zinc revêtement* SK – (*a*) *observation avec lame 1/4 d'onde* – (*b*) *microscopie en lumière polarisée*



FIG. III.31 – Texture du revêtement à l'état **SK** obtenue sur une zone 3mmx3mm. Projection stéréographique en équidensité.



FIG. III.32 – *Etapes de la recristallisation durant le traitement thermique qui permet de passer du revêtement* skin-passé **SK** *au revêtement à petits grains* **SKTT** – (*a*) *le grain entouré recristallise avant les autres* – (*b*) *presque tout le revêtement est recristallisé sauf le grain entouré*



FIG. III.33 – Microstructure du zinc revêtement SKTT



FIG. III.34 – Coupe micrographique du revêtement de zinc SKTT : un seul grain dans l'épaisseur



FIG. III.35 – Texture du zinc revêtement SKTT



FIG. III.36 – Deux examens à la microsonde du zinc allié de composition identique à celle du revêtement. Examen 1 : (a) enrichissement local en aluminium; (b) en fer; (c) en zinc; (d) image en électrons secondaires; Examen 2 : (e) enrichissement local en aluminium; (f) image en électrons secondaires.



FIG. III.37 – (a) Grains basaltiques de zinc massif à l'état coulé. (b) Microstructure après laminage à 180°C par passe de 0,5mm puis 1mm. Observation en lumière polarisée



FIG. III.38 – Microstructure après recuit à 300°C, pendant 1 heure. Observation en lumière polarisée



FIG. III.39 – (a) cartographie EBSD de $1mm^2$ de zinc massif polycristallin recristallisé – (b) figures de pôles en équidensité associées

En conclusion

Les méthodes expérimentales employées et les matériaux étudiés ont été passés en revue : de nombreux moyens d'analyse (microscopie optique en lumière polarisée, microscopie électronique à balayage, E.B.S.D., analyse d'images) et mécaniques (essais 1–D (de traction simple) et 2–D sur presse Erichsen) nous ont permis de caractériser la microstructure des matériaux de l'étude et vont nous permettre d'analyser leurs modes de déformation.

- Le substrat ferritique possède une taille de grains de $10\mu m$, une texture classique des aciers laminés à laquelle correspond un comportement mécanique orthotrope. Le coefficient de Lankford est de 2 en moyenne, avec des écarts entre les sens long (r=1,855), diagonal (r=2) et transverse (r=2,3).
- Le premier revêtement de l'étude est un revêtement de zinc à gros grains (600 μm), pour une épaisseur de 10μm (ce sont des grains dits "crêpes"), une texture fortement basale, une composition chimique saturée en fer et en aluminium. La microstructure est directement issue de la solidification; le skin-pass industriel n'a pas encore été pratiqué sur ce revêtement. On le note NSK ou Non SKin-passé.
- Le second revêtement étudié est le revêtement industriel tel que : par rapport au revêtement NSK, il a subi le skin-pass, faible laminage avec un taux de réduction de l'ordre de 1,3%. La réponse du revêtement à cette sollicitation se traduit par l'apparition de nombreuses macles au sein des grains qui conservent leur forme de "crêpes". La microstructure est cependant affinée par toutes les macles introduites par le skin-pass. La texture reste très fortement basale. On note ce matériau SK.
- Le troisième revêtement étudié est un revêtement à petits grains (40μm). Ces grains sont obtenus grâce à un traitement thermique de recristallisation pratiqué sur le revêtement SK. Les grains restent monocristallins dans l'épaisseur. La texture reste fortement basale. On note ce revêtement SKTT comme SKin-passé + Traitement Thermique.
- Enfin le dernier matériau étudié est un zinc massif, polycristallin, obtenu par laminage et recuit de lingots de microstructure basaltique. Ce zinc massif, légèrement allié, est de composition identique à celle des revêtements. La taille de grains est de l'ordre de 40µm. Il a la texture classique des tôles de zinc laminé : un axe <u>c</u> incliné à 25° par rapport la normale à la tôle, dans la direction de laminage.

Chapitre -IV-

Le zinc "revêtement" à l'état massif

L'étude du zinc massif a été réalisée dans deux buts précis :

- établir le comportement du zinc massif et le comparer à celui du zinc du revêtement. Souligner ainsi l'aspect multicristallin du revêtement et l'effet du substrat.
- Se servir d'essais mécaniques effectués sur le zinc massif pour identifier une loi du comportement monocristallin de ce matériau légèrement allié. Ceci afin de s'affranchir des données bibliographiques éparses, balayant un large spectre de valeurs et basées sur des essais effectués sur des matériaux proches mais non identiques (zinc pur, légèrement allié, etc...).

Dans un premier temps, nous allons établir quels sont les modes de déformation actifs dans le zinc massif pour une large gamme d'essais mécaniques (traction simple, traction large, expansion équibiaxiale). Les résultats de cette étude vont nous permettre, en omettant les systèmes inactifs, de restreindre les paramètres de la loi de comportement monocristalline à identifier. Cette identification s'appuie sur une très large gamme d'essais mécaniques : traction simple (sens long et travers) avec effet de la vitesse de déformation, essais de fluage et de relaxation. L'identification se déroule en plusieurs temps : identifier un jeu de paramètres en ajustant un modèle de polycristal sur les courbes expérimentales; réaliser un calcul d'agrégat polycristallin pour valider l'homogénéisation effectuée. Un processus itératif sur une telle séquence doit permettre de déterminer une loi de comportement monocristalline satisfaisante du zinc massif légèrement allié.

Cette étude du zinc **massif** va de plus nous permettre de valider la méthode d'analyse des modes de déformation, par la cohérence des résultats obtenus, conformes aux données bibliographiques.

Sauf mention contraire, l'axe de traction des micrographies de ce chapitre, est horizontal (pour les essais de traction simple et traction large).

IV.1 Comportement local – Identification des mécanismes

Les conditions expérimentales de sollicitation sont rapportées dans la partie III.1.2. La méthode d'identification des modes de déformation – avec en particulier les règles de comptage des systèmes de glissement – sont dans la partie III.1.3.

IV.1.1 Traction simple

a) Sens long

Les essais sont effectués à vitesse de déformation imposée, $\dot{\epsilon} = 2.10^{-4} s^{-1}$. Les échantillons ont une épaisseur de 1mm.

Une des hypothèses majeures pour l'identification des modes de déformation est que le plan du grain observé est confondu avec le plan de laminage de la tôle d'où fut extraite l'éprouvette. Dans le cas du zinc **massif**, cela ne reste vrai qu'au tout début de la plasticité. Au-delà de 2% de déformation, la rugosité de surface s'est développée et les barres d'erreurs atteignent des niveaux trop importants.

Comme le montre la figure IV.1 (a), 103 grains ont été analysés par E.B.S.D. Parmi l'ensemble de ces grains, toutes les orientations cristallographiques sont représentées. En particulier les angles d'inclinaison de l'axe <u>c</u> balaient le spectre $[0;90]^{\circ}$.

Après 1,2% de déformation en traction, aucune macle n'est présente. On compte une moyenne de 1,1 modes de déformation actifs par grain. 55% des lignes de glissement sont dues au glissement basal sans ambiguïté (i.e. il n'y a pas d'autre plan de glissement dont la projection est proche des lignes observées sur le grain analysé). 21% de plus peuvent être du glissement basal mais d'autres systèmes ont des projections proches des lignes observées. Comme on peut le constater sur les figures IV.1 (b,c), les autres systèmes de glissement basal : ce peut être du glissement pyramidal π_2 (16% des cas sans ambiguïté), du glissement pyramidal π_1 (une ligne identifiée sans ambiguïté) ou du glissement prismatique (deux lignes identifiées sans ambiguïté). Il reste 10 cas ambigus. 11 grains n'ont pas encore de lignes de glissement visibles à ce taux de déformation : ce sont plutôt les grains qui possèdent un axe *c* normal à la tôle.

A des taux de déformation supérieurs, l'identification est difficile. On peut cependant qualitativement étudier l'évolution du nombre de systèmes actifs, notamment voir si l'activité du maclage augmente.

Après 4% de déformation en traction, 34 grains ont au moins un autre mode de déformation actif. Ce nouveau mode est cependant toujours localisé au voisinage des joints de grains et son activité reste faible. Enfin deux macles sont apparues parmi les 103 grains analysés.

On retrouve donc le comportement classique du zinc **massif** décrit dans la littérature avec une activité des systèmes basals très forte, même pour des grains mal orientés (le grain CS de la figure IV.1 (b) possède un angle d'inclinaison ($\underline{c}, \underline{ND}$) de 16°). Cependant, l'activité du glissement pyramidal π_2 reste non négligeable (son activité varie de 16% des grains au minimum à 45% au maximum suivant l'attribution des cas ambigüs) et met déjà en défaut les valeurs fournies par la littérature. Les corrections à apporter pourront porter soit sur le rapport des cissions critiques de cisaillement, soit sur les paramètres d'écrouissage interfamille, soit encore sur les paramètres de viscosité. Les modes de déformation pyramidal π_1 , prismatique et le maclage apparaissent de second ordre par rapport aux glissements basal et pyramidal π_2 pour ce qui est du zinc **massif** en traction simple.

Ces modes de déformation sont résumés sur le triangle standard issu de cette analyse de 103 grains (figure IV.2). Il faut lire dans cette figure que l'activité du glissement basal n'est jamais nulle. Elle diminue cependant quand l'axe sénaire est couché dans le plan de la tôle ou est normal à la tôle. C'est alors que la part du glissement pyramidal π_2 devient plus importante.

b) Sens travers

L'analyse des modes de déformation dans le cas de la traction simple suivant le sens travers montre certaines particularités. On compte 112 modes de déformation actifs pour 93 grains analysés. La figure IV.3 donne la cartographie EBSD ainsi que l'analyse de certains grains de cette éprouvette. Le glissement basal a été identifié sans ambiguïté pour 34% des cas, le glissement pyramidal π_2 pour 20% des cas, le glissement prismatique dans 5% des cas, le glissement pyramidal π_1 et le maclage dans 3% des propositions chacun. 35% des modes de déformation n'ont pas pu être identifiés sans ambiguïté : le glissement basal représente 26% des propositions, le glissement pyramidal π_2 représente 34% des propositions, les glissements pyramidal π_1 et prismatique 20% des cas chacun.

On constate donc que les glissements non-basals sont nettement plus actifs dans le cas de la traction dans le sens travers que dans le cas de la traction dans le sens long : ils représentent à peu près la moitié des modes de



(c)

FIG. IV.1 – Analyse EBSD du zinc **massif** (a) et identification des modes de déformation en traction simple (b,c)

déformation actifs. La figure IV.4 résume cet état de fait. L'absence de grains avec un axe <u>c</u> normal à la tôle ne nous permet de conclure quant à cette région du triangle standard.

IV.1.2 Traction large

La même procédure d'analyse a été effectuée sur un test de traction large ($\varepsilon_{11} > 0$ et $\varepsilon_{22} \simeq 0$, avec (1,2,3) \equiv (*RD*,*TD*,*ND*)). On rappelle que la vitesse de déformation est de l'ordre de $\dot{\varepsilon} = 10^{-4}s^{-1}$; elle ne peut être identifiée de façon certaine. Les échantillons ont une épaisseur de 1mm.

La figure IV.5 montre qu'à 2%¹ de déformation équivalente, nous n'avons principalement qu'un seul mode de déformation par grain. L'analyse montre que l'on compte 74 traces de glissement pour 72 grains et aucune macle. 32% des lignes observées sont du glissement basal, sans ambiguïté. On compte 8 lignes de glissement pyramidal π_2 (11%), une ligne de glissement pyramidal π_1 et aucune de glissement prismatique. Parmi les lignes où subsistent des ambiguïtés, on en compte 40% où le glissement basal est une possibilité et 16% où il n'est assurément pas présent. Parmi ces 16%, la moitié ne sont pas du glissement pyramidal π_2 .

La figure IV.6 résume, sur un triangle standard, les modes de déformation observés. On voit que le glissement pyramidal π_2 touche une région plus importante que dans le cas de la traction simple. Une petite zone dédiée aux glissements prismatique et pyramidal π_1 apparaît ; cela ne concerne qu'un faible nombre de grains. Quelques grains qui se trouvent dans les zones de déformation non basales ne présentent pas de lignes de glissement. Ce sont les grains T, AV et U.

IV.1.3 Expansion équibiaxiale

La même procédure d'analyse a été effectuée sur un test d'expansion équibiaxiale ($\varepsilon_{11} = \varepsilon_{22} > 0$, avec $(1,2,3) \equiv (RD,TD,ND)$).

La figure IV.7 montre l'analyse EBSD et le relevé des lignes de glissement après approximativement 1% de déformation équivalente. Comme on peut le constater là encore, on a un seul plan de glissement actif par grain (exactement 1,08 par grain), 42% des lignes sont dues au glissement basal. Seulement 8% des lignes ont été clairement identifiées comme n'étant pas du glissement basal (une prismatique, une pyramidal π_1 , cinq pyramidal π_2 et une macle). On a donc 50% d'indétermination pour lesquels le glissement basal est cité dans 64% des cas. On a donc, en tout, 18 lignes de glissement supplémentaires qui ne sont pas du glissement basal. Là encore, hormis quelques cas rares, ces lignes sont localisées aux joints des grains.

La figure IV.8 donne le triangle standard expérimental obtenu. Ce triangle est tracé suivant l'axe macroscopique <u>DN</u>, axe caractéristique de l'essai d'expansion équibiaxiale. Les frontières entre les différentes zones sont indiquées avec des tirets car le glissement basal pénètre très largement ces deux zones.

⁹⁴

¹La déformation indiquée est la déformation équivalente $\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}\varepsilon \cdot \varepsilon}$



direction : 100







(b)

FIG. IV.3 – Cartographie EBSD (a) et analyse des modes de déformation (b) des grains de zinc **massif**, en traction simple dans le sens travers



direction : 100

FIG. IV.4 – Triangle standard expérimental du zinc massif en traction simple dans le sens travers



FIG. IV.5 – Identification des modes de déformation du zinc **massif** en traction large : (a) cartographie EBSD – (b) relevé des lignes de glissement









FIG. IV.7 – Identification des modes de déformation du zinc **massif** en expansion équibiaxiale : (a) cartographie EBSD – (b) relevé des lignes de glissement



FIG. IV.8 – Triangle standard expérimental du zinc **massif** en expansion équibiaxiale suivant la direction macroscopique ND

En conclusion sur les modes de déformation du zinc massif

Nous venons de constater que sur un large domaine du champ des déformations, de la traction simple à l'expansion équibiaxiale, le zinc **massif** légèrement allié, de composition identique à celle des revêtements étudiés, et d'une taille de grains de l'ordre de 40µm, possède un comportement micro-mécanique très caractéristique :

- on n'observe souvent qu'un seul plan de glissement actif par grain en début de plasticité. On ne dépasse pas 1,5 plan par grain même pour de forts taux de déformation.
- les grains se déforment très préférentiellement par glissement basal.
- les autres systèmes de glissement sont, en général, localisés aux joints des grains. Il s'agit surtout du glissement pyramidal π_2 .
- le maclage est complètement absent.
- il n'y a pas d'endommagement notable observé, même lors des essais d'expansion équibiaxiale pour les taux de déformation étudiés ici. Les faciès de rupture sont étudiés dans la partie suivante.

A l'aide de ces données, nous allons pouvoir faire des restrictions concernant la loi de comportement monocristalline du zinc. Ces restrictions ont pour but de faciliter l'identification dans le chapitre qui suit; cette tâche, par voie d'homogénéisation, sera rendue d'autant plus facile que le nombre de paramètres à identifier sera plus faible. Aussi, au vu des résultats que nous venons d'établir, nous ne retiendrons que deux modes de déformation : le glissement basal bien sûr (3 systèmes) et le glissement pyramidal π_2 (6 systèmes).

IV.2. COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE

Nous allons à présent pouvoir nous intéresser au comportement macroscopique du zinc **massif** : essais de traction simple, essais de relaxation, essais de fluage, dans le sens long et le sens travers. Nous allons pouvoir apprécier si oui ou non, la loi de comportement issue des données de la littérature relative au zinc pur décrit de manière satisfaisante le comportement mécanique macroscopique du zinc **massif**.

IV.2 Comportement macroscopique

IV.2.1 Essais mécaniques

Différents essais mécaniques ont été réalisés sur le zinc **massif**, dans le sens long et le sens travers. La figure IV.9 montre deux essais de traction dans le sens long respectivement à $\dot{\epsilon} = 10^{-4}s^{-1}$ et $\dot{\epsilon} = 10^{-2}s^{-1}$. On remarque tout d'abord une très forte viscosité : pour un facteur 100 dans la vitesse de déformation, la contrainte d'écoulement augmente d'environ 50%, passant de 40 à 60MPa. On remarque également que, durant les premiers pourcents de déformation, dans la partie de durcissement, l'écart entre les deux courbes augmente avec la déformation : l'écrouissage est plus fort à des vitesses de déformation plus importantes.

La figure IV.10 montre l'anisotropie plastique du zinc **massif** polycristallin : si la traction se fait selon le sens travers, la limite d'élasticité reste identique. En revanche, l'écrouissage est nettement plus important et rapide. On retrouve ici l'effet d'une activation plus importante des glissements non-basals (pyramidaux π_2 surtout) pour la traction dans le sens travers comme cela vient d'être analysé dans la partie IV.1.1. La déformation à rupture est divisée par trois dans le sens travers. Les faciès de rupture sont pourtant identiques dans les deux sens : rupture par cisaillement avec présence de ligaments ductiles (figure IV.11).

On remarquera également que l'effet de vitesse est nettement moins important pour une traction réalisée dans le sens travers (figure IV.12) que pour une traction réalisée dans le sens long (figure IV.9).

Afin de mieux caractériser les effets visqueux et de mieux cerner le type d'écrouissage mis en jeu, des essais de relaxation ont été réalisés. Ces essais qui se trouvent sur la figure IV.13 confirment l'importance de la viscosité. En particulier, ils montrent que les contraintes se relaxent très rapidement au sein du matériau : après à peine une heure, elles ont déjà perdu 80% de leur valeur initiale.

On adopte une description du comportement mécanique de type Chaboche [Lemaître and Chaboche, 1985] avec une partie d'écrouissage isotrope et une partie d'écrouissage cinématique. L'écrouissage isotrope se caractérise par un domaine élastique qui augmente avec la déformation mais reste symétrique par rapport à un état de contrainte nul. Dans la formulation proposée par Lemaître et Chaboche, les contraintes dues à cet écrouissage sont fonction de la déformation plastique cumulée p et ne peuvent être restaurées. L'écrouissage cinématique ou contrainte interne notée X se caractérise par un domaine élastique qui n'est plus symétrique : son centre se déplace dans le sens de la déformation. Dans la formulation proposée par Lemaître et Chaboche, les contraintes dues à cet écrouissage sont fonction du tenseur de déformation plastique. Elles comportent une composante de restauration dynamique et parfois même de restauration statique ; elles permettent de décrire l'effet Bauschinger, les essais de relaxation et de fluage. Les lois de comportement auxquels on se réfère sont explicitées, dans leur formulation due à Lemaître et Chaboche, adaptées au monocristal par Cailletaud [Cailletaud, 1987], dans la partie IV.2.3 qui suit ce paragraphe.

La forme des courbes obtenues, figure IV.13, semble indiquer que le zinc **massif** possède une composante d'écrouissage cinématique. Afin de confirmer cette intuition, des essais de *Dip–Test* ont été réalisés, en traction simple, dans le sens travers. Le principe de cet essai est simple : il s'agit de montrer que l'on peut obtenir une vitesse de déformation négative, sous certaines conditions, alors que la charge imposée est positive². Cela est rendu possible par l'existence de contraintes internes. En effet, lorsque le matériau est sous charge $\sigma = \sigma_1 > 0$, il développe des contraintes internes $X = X_1 > 0$. Si on abaisse soudain la contrainte à une valeur $\sigma = \sigma_2 < X_1$, le signe de $\sigma - X$ devient négatif : il en résulte une vitesse de déformation négative. Ces essais, qui se trouvent figures IV.14 (a) et IV.14 (b), confirment la présence d'écrouissage cinématique. En effet, les deux chutes de déformation de la figure IV.14 (a), dont la figure IV.14 (b) est un zoom, correspondent, dans leur partie non linéaire à du fluage négatif (ou recouvrance) associé à une chute soudaine de la charge de fluage. On mesure donc $\dot{\varepsilon} < 0$ durant cette courte période et ce malgré une charge faible mais cependant positive.

De plus, à la température à laquelle sont réalisés les essais, $(T/T_f = 0.43)$, pour le zinc), des phénomènes de restauration ont lieu qui ne sont pas décrits par la viscosité seule. En effet, comme le montre la figure IV.15, on

²La formulation selon Lemaître et Chaboche de la loi d'écoulement viscoplastique de type Norton, avec écrouissage cinématique (ou contrainte interne X) est de la forme : $\dot{\varepsilon}^p = \left(\left(\sqrt{3J_2(\underline{s}-\underline{X})}-R\right)/K\right)^n \frac{3}{2} \frac{\underline{s}-\underline{X}}{3J_2(\underline{s}-\underline{X})}$; K et n sont les coefficients de viscosité, $\underline{s} = \underline{\sigma} - \frac{1}{3}Tr(\underline{\sigma})\underline{1}$ et $J_2(\underline{A}) = \frac{1}{2}A_{ij}A_{ij}$



FIG. IV.9 – Essais de traction simple sur le zinc massif (sens long) – Effet de la vitesse de chargement



FIG. IV.10 – Anisotropie mécanique du zinc **massif** en traction simple. Essais à $\varepsilon_{11} = 10^{-4} s^{-1}$



FIG. IV.11 – Rupture par cisaillement quelle que soit la vitesse et le sens de sollicitation (a) avec présence de ligaments ductiles (b) – Les particules au fond des cupules sont des composés FeAl que l'on suppose être des particules de Fe_2Al_5



FIG. IV.12 – Essais de traction simple sur le zinc massif dans le sens travers – Effet de la vitesse de chargement

ne peut pas simuler correctement les essais de relaxation, même en faisant varier K et n dans un large intervalle de valeurs. De même, on peut montrer que de l'écrouissage cinématique seul, sans y adjoindre des termes de restauration statique, ne permet pas de décrire correctement les courbes expérimentales de relaxation du zinc **massif**.



FIG. IV.13 – Essai de relaxation du zinc massif en sens travers



FIG. IV.14 -(a) essais de fluage et Dip-test en traction sur le zinc **massif**, sens travers -(b) zoom de (a) sur la partie de recouvrance du Dip-test

L'ensemble de ces essais vont nous permettre d'orienter nos choix quant au formalisme de la loi de comportement monocristalline du zinc à identifier.

IV.2.2 Choix d'une loi de comportement du zinc monocristallin

Pour accéder à la loi de comportement du monocristal de zinc, le choix a donc été fait de passer par l'intermédiaire d'un modèle de polycristal; nous aurions pu réaliser des essais sur des monocristaux mais la méthode présentée dans les parties suivantes nous a semblé plus simple à mettre en œuvre. Cela a pour conséquence que les paramètres que nous allons obtenir ne seront, a priori, valables que pour la taille de grains du polycristal de zinc : $40\mu m$.

Le choix de la forme de la loi de comportement du zinc monocristallin à identifier doit vérifier :

- Elasticité isotrope transverse du zinc telle qu'on l'a déjà identifiée dans la littérature [Handbook, 1989].
 Aucun paramètre à identifier.
- Deux familles de glissement sont prises en compte : le glissement basal (3 systèmes) et le glissement pyramidal π_2 (6 systèmes). Deux paramètres à identifier : τ_{0c}^{bas} (la contrainte de cisaillement seuil du glissement basal avant toute déformation plastique) et le rapport $\tau_{0c}^{\pi_2}/\tau_{0c}^{bas}$.
- L'écrouissage latent est pris en compte au niveau inter-systèmes d'une même famille et au niveau interfamilles. Cinq paramètres à identifier : 2 pour l'écrouissage de la famille basal, 2 pour l'écrouissage de la famille pyramidal π_2 et enfin 1 pour l'écrouissage inter-familles.
- Par rapport à la loi identifiée à partir de la littérature, on conserve une composante d'écrouissage isotrope.
 Deux coefficients à identifier.
- On y adjoint une composante d'écrouissage cinématique avec restauration statique. Quatre coefficients à identifier.
- On conserve une loi d'écoulement de type Norton dont on identifie l'exposant n à partir des essais de fluage.
 En l'absence d'hypothèses simplificatrices, cela fait quatre coefficients à identifier.

IV.2.3 Mise en équations du modèle

La loi de comportement choisie s'écrit donc sur chaque système du monocristal (i.e. sur chaque grain de zinc) considéré (les paramètres à identifier sont en gras ; l'exposant *s* indique un système de glissement donné)³ :

$$\begin{cases} \frac{\text{Loi de Hooke}}{\sigma^{g} = \sum_{s=1}^{\infty} \vdots \xi^{g^{s}}} \\ \frac{\text{Mouvement coopératif des dislocations} :}{\xi^{g^{p}} = \sum_{s=1}^{N} \dot{\gamma}^{s} \frac{(\underline{m}^{s} \otimes \underline{n}^{s}) + (\underline{n}^{s} \otimes \underline{m}^{s})}{2}}{2} \\ \frac{\text{Contrainte résolue selon la loi de Schmid} :}{\tau^{s} = \sigma^{g} : (\underline{m}^{s} \otimes \underline{n}^{s})} \\ \frac{\text{Loi d'écoulement de type Norton :}}{\dot{\tau}^{s} = Max \left(0, \left(\frac{|\tau^{s} - x^{s}| - \tau_{c}^{s}}{\mathbf{K}^{s}}\right)^{n^{s}}\right) signe(\tau^{s} - x^{s}) \\ \dot{\gamma}^{e}_{cum} = |\dot{\gamma}^{e}| \\ \frac{\text{Lois d'écrouissage :}}{isotrope : \tau_{c}^{s} = \tau_{0_{c}}^{s} + \sum_{r=1}^{N} \mathbf{Q}^{s} \mathbf{h}_{rs} (1 - \exp(-\mathbf{b}_{r} \gamma_{cum}^{r})) \\ cinématique : \begin{cases} x^{s} = \mathbf{c}^{s} \alpha^{s} \\ \dot{\alpha}^{s} = \dot{\gamma}^{s} - \mathbf{d}^{s} \alpha^{s} |\dot{\gamma}^{s}| - \left\langle \frac{x^{s}}{\mathbf{M}^{s}} \right\rangle^{\mathbf{m}^{s}} \end{cases}$$

Cette formulation basée sur les travaux de Lemaître et Chaboche [Lemaître and Chaboche, 1985] en constitue une extension au monocristal due à Cailletaud [Cailletaud, 1987].

³On rappelle que les conventions de notations sont indiquées dans le tableau page 12.
La matrice d'écrouissage associée à l'écrouissage isotrope s'écrit :

$$[Q_{s}h_{rs}] = \begin{bmatrix} basal \\ \mathbf{Q}^{\mathbf{b}} \begin{pmatrix} \mathbf{h}_{1}^{\mathbf{b}} & \mathbf{h}_{2}^{\mathbf{b}} & \cdots \\ \mathbf{h}_{2}^{\mathbf{b}} & \mathbf{h}_{1}^{\mathbf{b}} & \cdots \\ \mathbf{h}_{2}^{\mathbf{b}} & \mathbf{h}_{2}^{\mathbf{b}} & \ddots \end{pmatrix} & \mathbf{Q}^{\mathbf{b}}\mathbf{h}_{\pi_{2}}^{\mathbf{b}} \\ \mathbf{h}_{2}^{\mathbf{b}} & \mathbf{h}_{2}^{\mathbf{b}} & \ddots \end{pmatrix} \\ \mathbf{q}^{\pi_{2}}\mathbf{h}_{\pi_{2}}^{\mathbf{b}} & \mathbf{Q}^{\pi_{2}} \begin{pmatrix} \mathbf{h}_{1}^{\pi_{2}} & \mathbf{h}_{2}^{\pi_{2}} & \cdots \\ \mathbf{h}_{2}^{\pi_{2}} & \mathbf{h}_{1}^{\pi_{2}} & \cdots \\ \mathbf{h}_{2}^{\pi_{2}} & \mathbf{h}_{1}^{\pi_{2}} & \cdots \\ \mathbf{h}_{2}^{\pi_{2}} & \mathbf{h}_{2}^{\pi_{2}} & \ddots \end{pmatrix} \end{pmatrix}$$
(IV.2)

 π_2

Afin d'alléger le nombre de coefficients, on fait de plus les hypothèses suivantes :

basal

 $-Q^{bas}/Q^{\pi_2} = \tau_{0c}^{bas}/\tau_{0c}^{\pi_2}.$

$$-K^{bas}/K^{\pi_2} = \tau_{0c}^{bas}/\tau_{0c}^{\pi_2}$$

- $c^{bas}/c^{\pi_2} = \tau_{0c}^{bas}/\tau_{0c}^{\pi_2}.$
- n est indépendant du système de glissement.
- b est indépendant du système de glissement.

- les coefficients d, M et m sont indépendants du système de glissement.

On a donc 10 coefficients (n, K, τ_{0c}^{bas} , $\tau_{0c}^{\pi_2}$, Q^{bas} , b, c^{bas} , d, M, m) plus 5 coefficients d'écrouissage latent, soit 15 coefficients à identifier.

IV.2.4 Identification d'une loi de comportement du monocristal de zinc par approche inverse

L'identification se fait par méthode inverse grâce au module optimiseur de ZéBuLoN. Le principe est itératif : on part d'un jeu de coefficients donné, on simule les essais qui composent notre base expérimentale. On modifie alors la valeur des coefficients à identifier dans le sens d'un abaissement de la fonction coût qui estime l'écart entre les courbes simulées et les courbes expérimentales. La modification des paramètres se fait grâce à un algorithme de Levenberg–Marquardt.

La base expérimentale de cette procédure est composée de divers essais mécaniques réalisés sur le zinc polycristallin. Il y a donc une étape d'homogénéisation à effectuer auparavant qui permet le passage de la loi de comportement monocristalline au comportement polycristallin. C'est cette étape que nous détaillons dans le paragraphe suivant.

a) Des essais au modèle polycristallin en β...

Le principe de l'homogénéisation est simple : relier le comportement microscopique des grains ayant une orientation g donnée ($\mathfrak{G}^{g}, \dot{\mathfrak{g}}^{g^{vp}}$) au comportement macroscopique de l'ensemble ($\Sigma, \dot{\mathcal{E}}^{vp}$) (ou ce qui est identique, au comportement d'un RVE, *Representative Volume Element*). Cette procédure d'homogénéisation fait intervenir un ensemble de N grains dont la texture est représentative de celle du matériau étudié. L'exposant g signifie que l'on est dans un grain donné et vp est la composante visco–plastique. La figure IV.16 illustre ce principe.

Le modèle que l'on a retenu pour simuler le comportement du zinc polycristallin orthotrope est un modèle en β qui permet de tenir compte d'une telle anisotropie et peut être étendu au comportement élasto–viscoplastique. On doit ce modèle à Pilvin [Pilvin, 1990]. Cette formulation introduit une variable d'accommodation non linéaire β^g , dont la valeur initiale est, pour chaque grain $g, \varepsilon^{g^{vp}}$.

Le modèle s'écrit :



FIG. IV.15 – Simulation des essais de relaxation en faisant varier K et n de la loi de Norton



FIG. IV.16 – Schéma de principe du modèle de polycristal

$$\frac{Comportement macroscopique :}{E = E^{e} + E^{vp}} \\
\sum = C : E^{e} \\
\frac{Localisation :}{\sigma^{g} = \Sigma + C\left(B - \beta^{g}\right)} \\
\dot{\beta}^{g} = \dot{\xi}^{g^{vp}} - D\sqrt{\frac{2}{3}J_{2}\left(\dot{\xi}^{g^{vp}}\right)} \dot{\beta} \\
B = \sum_{g=1}^{N} f_{g} \dot{\beta}^{g} \\
Homogénéisation : \\
\dot{E}^{vp} = \sum_{g=1}^{N} f_{g} \dot{\xi}^{g^{vp}} \\
\frac{Comportement microscopique}{g^{g}} (cf. partie IV.2.3) : \\
Loi de Hooke \\
Mouvement coopératif des dislocations \\
Loi de Schmid \\
Loi d'écoulement plastique \\
Lois d'écrouissage$$
(IV.3)

Les paramètres C et D sont les paramètres de changement d'échelle. Pour certaines valeurs particulières de ces paramètres, on retrouve les formulations classiques de Sachs ou Kröner. C peut varier de 0 à l'ordre de grandeur du module de cisaillement.

Les essais sur lesquels ont porté l'identification sont rapportés dans la partie IV.2 qui précède cette partie.

b) ... à l'agrégat polycristallin ...

Les calculs sur agrégats polycristallins permettent d'abandonner les hypothèses simplificatrices des modèles d'estimation en homogénéisation (comme cela vient d'être fait dans la partie précédente) qui, à l'instar du modèle auto-cohérent, décrivent le grain du polycristal comme une inclusion dans une matrice infinie.

Au lieu de cela, on réalise un maillage 3–D qui est supposé contenir suffisament de grains pour être représentatif du comportement du polycristal. La figure IV.17 montre un tel maillage obtenu numériquement par une distribution de polyèdres de Voronoi [Barbe et al., 2001]. On superpose alors un maillage par éléments finis à une telle microstructure, maillage où chacun des points de Gauss qui appartiennent à un même grain possèdent la même orientation cristallographique. Chaque grain possède au moins 800 points de Gauss ; ces calculs sont donc effectués en parallèle (i.e. calcul effectué simultanément sur plusieurs processeurs). Ils ont été effectués par F. Barbe [Barbe, 2000].

Le maillage utilisé dans ce travail possède 200 grains orientés aléatoirement et dont la texture résultante est isotrope. Le comportement élastique du zinc est pris, dans cette partie, isotrope : il correspond au module de Young mesuré pour le polycristal de zinc (E = 130GPa) lors des essais expérimentaux. Le maillage de la figure IV.17 est composé de 18x18x18 éléments quadratiques pour 200 grains et divisé en 6 sous-domaines, chaque sous-domaine étant calculé en séquentiel (i.e. sur un seul processeur).

Les effets du nombre de grains ainsi que les effets de bords ont été étudiés dans le cas des symétries cristallographiques cubiques à faces centrées (cfc) [Quilici and Cailletaud, 1999]. Ces effets n'ont pas encore fait l'objet d'études dans le cas des symétries hexagonales. Trois calculs ont été réalisés sur agrégats polycristallins : deux essais de traction (cf. figure IV.17) où les faces non soumises au chargement sont libres de force, et un essai de cisaillement.

c) ... à la loi de comportement du monocristal de zinc allié

La méthode d'identification que l'on vient d'expliciter est résumée sur la figure IV.18. Elle doit être itérée de manière à converger vers une solution acceptable.

On doit donc minimiser deux fonctions coût : la première fonction C_1 qui, étant donné un jeu de coefficients matériau, mesure l'écart entre le modèle de polycristal et l'agrégat polycristallin (ce faisant, on estime la pertinence



FIG. IV.17 – Maillage et sollicitation de traction simple sur les 200 grains d'un agrégat polycristallin de zinc

des paramètres C et D des équations IV.3) et la seconde fonction C_2 qui mesure l'écart entre les simulations et les courbes expérimentales. Cette dernière se minimise en faisant varier les paramètres matériau.

La fonction C_1 doit tenir compte à la fois de la réponse macroscopique du polycristal et de la réponse des grains pris individuellement. La figure IV.19 illustre ce propos en montrant les réponses des 200 grains (i.e. orientations) qui ont servi pour le modèle de polycristal et pour l'agrégat polycristallin. Ce nombre de grains trop petit (200) pour décrire 200 orientations est l'une des raisons qui peut expliquer la plus grande dispersion observée sur la figure IV.19 (a) que sur la figure IV.19 (b). En effet une même orientation doit être représentée par un plus grand nombre de grains (5 ou plus). Quatre grains particuliers sont mis en exergue sur la figure IV.20. Une bonne optimisation des paramètres de localisation doit, en particulier, permettre de reproduire la même dispersion des réponses des grains pour les deux modèles. Notons seulement qu'aux 200 grains servant à mailler l'agrégat polycristallin, correspondent 200 orientations cristallines. Or, si on veut correctement rendre compte du comportement du polycristal de zinc, plusieurs grains doivent avoir la même orientation : la texture doit être le résultat d'un nombre de grains plus important.

d) Résultats

Nous avons appliqué la méthode de la figure IV.18. Ce faisant, nous avons obtenu des paramètres matériau ainsi que des paramètres de changement d'échelle du modèle de polycristal. Nous allons présenter les résultats obtenus avec les deux approches : d'abord les résultats avec le modèle de polycristal puis, dans un second temps, les résultats des calculs sur agrégats.

Les figures IV.21 et IV.22 donnent les courbes expérimentales et simulées de l'effet de vitesse et de l'anisotropie en traction simple du polycristal de zinc. Ces courbes ont été obtenues avec le jeu de paramètres suivant :

$$(\tau_{0c}^{bas}, \tau_{0c}^{\pi_{2}}, Q^{bas}, Q^{\pi_{2}}, K^{bas}, K^{\pi_{2}}, n, b, c^{bas}, c^{\pi_{2}}, d, M, m, h_{1}^{b}, h_{2}^{b}, h_{1}^{\pi_{2}}, h_{2}^{\pi_{2}}, h_{\pi_{2}}^{b})$$

$$\equiv$$

$$(0, 2MPa, 1MPa, 0, 8MPa, 9, 6MPa, 40MPa.s^{1/n}, 200MPa.s^{1/n}, 4, 8, 20, 3600MPa, 18000MPa, 600,$$

$$875MPa.s^{1/m}, 4, 1, 2, 1, 2, 2, 5)$$

$$(IV.4)$$

Comme on peut le constater les contraintes résolues critiques sont particulièrement faibles; en fait le très fort écrouissage cinématique (c/d) = 30MPa) vient rattraper ces faibles valeurs. Lors d'un essai de traction simple, la composante cinématique de l'écrouissage atteint des valeurs importantes dès le début de la plasticité (voir figure IV.21 (a))⁴.

Comme on peut le constater sur la figure IV.21 (a), l'effet de vitesse est correctement décrit par la loi de comportement obtenue. L'influence de la vitesse se traduit en particulier par une activation des systèmes pyramidaux π_2 plus importante. C'est la raison pour laquelle l'éprouvette déformée à vitesse plus importante possède un écrouissage plus fort.

La loi de comportement obtenue ne permet pas de simuler correctement l'essai de traction dans le sens travers. Cependant, comme le montre la figure IV.21 (b), la simulation suit la tendance observée expérimentalement : la courbe dans le sens travers est au dessus de la courbe dans le sens long. Un travail d'ajustement des paramètres est nécessaire pour obtenir une amélioration de ces résultats.

La simulation des essais de relaxation et de fluage (figure IV.22) est meilleure lorsque la loi de comportement possède une composante d'écrouissage cinématique ; elle reste cependant à améliorer ⁵.

Nous allons à présent commenter les résultats fournis par les simulations sur agrégats polycristallins.

Les figures IV.25 (a) et (b) donnent les distributions des activités des systèmes de glissement basals et pyramidaux π_2 : on constate que le glissement pyramidal π_2 s'initie aux joints des grains, ce qui est cohérent avec ce qu'ont montré les résultats expérimentaux de la partie IV.1 de ce chapitre. La figure IV.23 montre une autre micrographie obtenue en traction simple : les joints des grains sont des lieux privilégiés d'initiation du glissement cristallographique, a fortiori pour les systèmes pyramidaux plus difficiles à activer que les systèmes basals. Remarquons que les figures IV.25 (a) et (b) correspondent à des résultats obtenus aux surfaces libres du maillage (comme la micrographie de la figure IV.23); on constate que l'on a les mêmes effets des joints des grains dans le corps de l'agrégat.

Les calculs sur agrégats polycristallins nous permettent de tester le jeu de coefficients du modèle de polycristal en β : il s'agit, étant donné un jeu de coefficients matériau, de minimiser l'écart entre les courbes issues du

⁴Un autre jeu de paramètres sans écrouissage cinématique permet de décrire correctement les essais de traction simple aux deux vitesses de déformation testées. Ce jeu est le suivant : $(\frac{h}{0}c^{x}, \tau_{0c}^{\pi_{2}}, Q^{bas}, Q^{\pi_{2}}, K^{bas}, K^{\pi_{2}}, n, b, h_{1}^{b}, h_{2}^{b}, h_{1}^{\pi_{2}}, h_{2}^{\mu_{2}}, h_{\pi_{2}}^{b}) \equiv (2, 6MPa, 13MPa, 1MPa, 12MPa, 50MPa.s^{1/n}, 250MPa.s^{1/n}, 4, 8, 100, 1, 2, 1, 2, 2, 5)$

⁵Signalons qu'un jeu de paramètres permettant de décrire très correctement les courbes de relaxation a été obtenu. Il est identique au premier jeu avec écrouissage cinématique en réalisant les substitutions suivante : $(\ell^{aas}, c^{\pi_2}, d, M, m) \equiv (2200MPa, 11000MPa, 200, 1000MPa.s^{1/m}, 4)$



FIG. IV.18 – Schémas d'optimisation pour l'identification des paramètres matériau (partie gauche) et des paramètres de transition d'échelles (partie droite)



FIG. IV.19 – Réponse en traction des 200 grains : (a) formant l'agrégat, (b) du modèle de polycristal

IV.2. COMPORTEMENT MACROSCOPIQUE

modèle de polycristal et les courbes obtenues par les calculs sur agrégats polycristallins. La figure IV.24 donne les courbes obtenues en traction simple, à deux vitesses de sollicitation, pour le modèle de polycristal et pour l'agrégat polycristallin. Cette minimisation se fait en faisant varier les coefficients C et D des lois d'homogénéisation IV.3. La figure IV.24 montre que le modèle d'homogénéisation sous-estime la viscosité du polycristal de zinc.

La procédure d'optimisation dans son ensemble doit nous permettre d'obtenir des jeux de paramètres matériau et de transition d'échelle qui simulent correctement les essais expérimentaux. Les courbes qui viennent d'être présentées ont été obtenues qu'après une unique itération... Un gros travail de développement doit être réalisé pour finaliser ce type d'approche. Dans notre cas, nous avons vu qu'il est nécessaire de modifier les paramètres obtenus pour mieux décrire le comportement du polycristal de zinc pour des sollicitations en sens travers ; les simulations des essais de fluage et de relaxation doivent également être améliorées. Cependant cette méthode offre d'importantes perspectives dans le domaine toujours délicat des déterminations des lois de comportement des monocristaux.

En conclusion

Les modes de déformation du zinc **massif** de composition chimique identique à celle des revêtements ont été analysés en traction simple, en traction large et en expansion équibiaxiale. On s'est intéressé au comportement des grains pris individuellement ainsi qu'à la réponse mécanique globale du polycristal.

- On observe un comportement mécanique de chaque grain de zinc en accord avec ce que nous enseigne la littérature : du glissement basal essentiellement, les autres systèmes de glissement étant limités au voisinage des joints de grains, l'absence de maclage.
- Des essais de relaxation et de fluage (dont des essais de Dip-Test) ont permis de montrer qu'il était nécessaire de modéliser la part cinématique de l'écrouissage du zinc massif et d'y adjoindre une composante de restauration statique.
- Une procédure d'identification de la loi de comportement monocristalline du zinc légèrement allié, basée sur une analyse par méthode inverse couplée à des calculs d'agrégats polycristallins, a été développée : les premiers résultats sont encourageants et permettent de valider la méthodologie. On constate que des rectifications notables doivent être apportées aux valeurs fournies par la littérature.



FIG. IV.20 – Comparaison des réponses en traction simple de 4 grains particuliers pour les deux modèles



FIG. IV.21 – Effet de vitesse (a) et anisotropie (b) du zinc massif : simulations vs. expériences



FIG. IV.22 – Essais de relaxation (a) et de fluage (b) du zinc massif : simulations vs. expériences. Le chargement de l'essai de relaxation est de $\varepsilon = 0,01$ puis 0,03 puis 0,066. Le chargement de l'essai de fluage est de $\sigma = 80MPa$ puis de 98MPa



FIG. IV.23 – *Mise en évidence expérimentale de l'initiation du glissement aux joints des grains. Le glissement cristallographique* π_2 *est localisé dans leur voisinage*



FIG. IV.24 – *Résultats d'essais de traction avec le modèle de polycristal et l'agrégat polycristallin.* Σ *est la contrainte axiale (dans le sens de la traction) moyenne de toutes les orientations considérées. E est la déformation macroscopique*



FIG. IV.25 – Pour une déformation macroscopique de $E_{11} = 0.004$: (a) déformation plastique équivalente par glissement basal (la couleur rouge correspond à des taux γ_{eq}^{bas} supérieurs à 0,01) – (b) déformation plastique équivalente par glissement pyramidal π_2 (la couleur rouge correspond à des taux $\gamma_{eq}^{\pi_2}$ supérieurs à 0,003)

Chapitre -V-

Comportement du zinc revêtement en traction simple

Dans ce chapitre, on réalise l'analyse proprement dite des modes de déformation des trois revêtements de zinc étudiés sous sollicitation de traction simple : le revêtement à très gros grains type crêpes, NSK, le revêtement SK à microstructure plus fine grâce aux macles introduites par le skin-pass et le revêtement SKTT avec une taille de grains de l'ordre de 40µm. Ces revêtements sont présentés dans le chapitre III Matériaux et Méthodes de ce manuscrit.

La méthode de travail présentée dans ce chapitre allie observations microscopiques, EBSD et calculs par éléments finis. Cette modélisation est indispensable à l'obtention de nombreux résultats de ce chapitre.

Les revêtements de zinc exhibent un comportement mécanique étonnant au regard de ce que nous enseigne la bibliographie. On montre en particulier que les systèmes de glissement majoritairement activés ne sont pas les mêmes pour le zinc massif que pour le zinc revêtement, que le maclage, mode de déformation presque absent du comportement mécanique du zinc massif, joue, pour les revêtements, un rôle essentiel.

On montre également que des mécanismes nouveaux de localisation ont lieu dans les grains des revêtements de zinc; ces mécanismes sont dus aux conditions particulières qu'implique la présence d'un substrat.

Sauf mention contraire, l'axe de traction des micrographies de ce chapitre est horizontal.

Nous aimerions attirer l'attention du lecteur sur le fait que ce chapitre est dense et que sa lecture est ardue. Un tableau récapitulatif des modes de déformation observés sur l'ensemble des revêtements et sous toutes les sollicitations analysées se trouve à la fin du chaptitre VI qui traite du comportement du zinc revêtement sous chargement multiaxial.

V.1 Avant-propos : joints de grains et interface

Les joints de grains issus de la solidification du zinc au sortir du bain de galvanisation sont d'une faible tenue mécanique. La figure V.1 montre en effet que dès les premiers pourcents de déformation, les joints de grains s'ouvrent; cette ouverture augmente avec la déformation plastique. Cela est valable quel que soit le type de sollicitation : de la traction simple à l'expansion équibiaxiale. Cependant la figure V.1 montre également que ces fissures intergranulaires n'atteignent pas l'interface. En effet la colonne (II) de cette figure montre, sur un même échantillon, une partie polie (partie de droite), où nous sommes plus près de l'interface, et une partie non polie (partie de gauche), où nous sommes plus loin de l'interface. Il apparaît immédiatement que les fissures intergranulaires se résorbent lorsqu'on s'approche de l'interface : ces fissures sont en forme de V et n'atteignent pas l'interface.

La colonne (I) de cette même figure montre qu'une macle (au niveau du joint triple, juste au dessus de la pointe de dureté) entourée de joints de grains rompus, se propage à l'intérieur du grain pour des taux de déformation plus importants. Cela traduit l'idée que l'effort est entièrement transmis par l'interface. Les joints de grains de faible tenue ne transmettent aucun effort. Ils assurent cependant leur rôle protecteur vis-à-vis de la corrosion puisque les ruptures intergranulaires n'atteignent pas l'acier.

V.2 Identification des modes de déformation : cas de la traction simple

Les conditions expérimentales de sollicitation sont rapportées dans la partie III.1.2. La méthode d'identification des modes de déformation – avec en particulier les règles de comptage des systèmes de glissement – sont dans la partie III.1.3. On rappelle (voir partie III.1.3 de ce manuscrit) que dans le cas particulier des hexagonaux compacts, on peut, pour tous les systèmes de glissement non-basals, confondre plans de glissement et systèmes de glissement puisqu'à un plan donné ne correspond qu'une seule direction de glissement possible.

V.2.1 Revêtement non skin-passé NSK

a) Identification

La figure V.2 montre l'analyse EBSD, réalisée avant toute déformation, de 27 grains de zinc d'une éprouvette de traction de tôle **NSK**. Les grains foncés ont un axe <u>c</u> proche de la normale à la tôle. Le grain P est le plus proche d'une telle configuration : il a un angle (c, ND) de 5,4°, où <u>ND</u> est la normale à la tôle.

Après 1,5% de déformation en traction simple le long de la direction de laminage, chaque grain a au moins deux modes de déformation actifs en son sein. On compte en moyenne 1,6 systèmes de glissement actifs par grain associés à un système de maclage actif par grain. Après 2,5% de déformation, les statistiques n'ont que peu varié : 1,1 macles par grain et 1,8 systèmes de glissement par grain. On observe par contre de nouvelles traces de glissement présentes dans les parties maclées donc réorientées. La figure V.3 (a) montre la multiplicité des modes de déformation au sein de plusieurs grains de la zone analysée. On peut d'ores et déjà noter que nécessairement des systèmes de glissement non-basals sont actifs dans quasiment tous les grains (puisque le glissement basal ne peut faire qu'une seule trace par grain).

A partir de 4% de déformation en traction, on observe du glissement multiple au sein des macles. La figure V.4 montre cela dans le grain F pour lequel on a un angle ($\underline{c}, \underline{ND}$) de 22,9°.

Le glissement basal a été identifié, sans ambiguïté, dans 4 grains à 1,5% de déformation, dans 2 grains supplémentaires à 2,5% et dans encore 2 grains supplémentaires à 4%. L'identification concernant le glissement basal reste ambiguë pour 4 grains à 4% de déformation. Dans chaque grain, un système de glissement non-basal est dominant. La famille de glissement la plus représentée est le glissement pyramidal π_2 : on la compte 28 fois sans ambiguïté à 4% de déformation. Les glissements prismatique et pyramidal π_1 sont comptés 14 fois mais seulement 3 fois sans ambiguïté. Ils sont localisés au voisinage des joints de grains. Ce comportement mécanique (i.e. glissement basal sous-représenté) est très surprenant pour le zinc (voir chapitre IV et [Partridge, 1957]). La figure V.3 (b) montre le grain AB dans lequel on a trois systèmes de glissement non-basals actifs à 4% de déformation plastique. Et ce alors que ce grain possède un angle (c, ND) de 40,5°, c'est-à-dire que ce grain est en principe parfaitement orienté pour glisser suivant le plan basal.

A de forts taux de déformation, on conserve une hiérarchie similaire des modes de déformation. Le maclage devient de plus en plus important (figure V.5 (a)); le glissement pyramidal π_2 reste majoritaire même au sein des macles mécaniques apparues durant l'essai.



FIG. V.1 – Colonne (I) : progression d'une macle mécanique malgré des joints de grains rompus – Colonne (II) : différence d'ouverture des joints de grains suivant que l'on est près de l'interface (zone de droite, polie) ou près de la surface libre (zone de gauche, non polie)



FIG. V.2 – Analyse EBSD du zinc revêtement **NSK** pour identification des modes de déformation en traction simple



FIG. V.3 – Identification des modes de déformation du revêtement **NSK** : $\varepsilon = 2,5\%$ (a) et $\varepsilon = 4\%$ (b)



FIG. V.4 – Systèmes de glissement actifs du grain F ainsi que dans une macle de ce même grain. $\epsilon_{11} = 4\%$



FIG. V.5 – (a) Maclage après $\varepsilon = 13\%$ en traction – (b) Glissement au sein d'un grain du revêtement, après $\varepsilon = 10\%$ en traction. La direction des lignes de glissement est déviée à la traversée des macles

Comme le montre la figure V.6, l'intersection de systèmes pyramidaux π_2 symétriques par rapport à l'axe sénaire peut conduire à la formation de chevrons au sein du revêtement. Ces chevrons ne se forment que dans certains grains particuliers : c'est un mécanisme dicté par la cristallographie. Sur la figure V.7, on peut voir deux grains présentant deux mécanismes de localisation. Le premier grain forme des chevrons ; le second forme des "lentilles" qui semblent "sortir" du revêtement. La figure V.9 montre la même zone vue au MEB. On constate deux choses : premièrement les dépressions formées par les chevrons n'atteignent pas l'interface ; deuxièmement, les formes lenticulaires ont une géométrie qui se différencie très nettement des macles que l'on a vues jusqu'à présent. La figure V.10 confirme cette intuition : les pointés EBSD réalisés autour d'une telle lentille ne révèlent pas de rotation du réseau cristallin aussi forte que celles induites par le maclage.

La figure V.8 propose une explication du phénomène de la formation de chevrons : connaissant le sens de glissement des deux systèmes actifs (que l'on constate directement sur la micrographie V.6), on en déduit les forces qui s'exercent sur les dislocations selon $\underline{F}_i = (\underline{b}_i, \underline{\sigma}) \wedge \underline{L}$. \underline{L} est pris conventionnellement positif en "montant" le long de \underline{c} . Si on calcule cette expression dans le repère $(\underline{F}_i, \underline{L}, \underline{F}_i \wedge \underline{L})$ et sachant que, dans le cas du glissement pyramidal π_2 , on a des dislocations vis [Jassby and Jr., 77, Lavrentev et al., 1968], (i.e. \underline{b}_i portés par \underline{L}), on trouve immédiatement que les composantes suivant \underline{L} de \underline{b}_1 et \underline{b}_2 sont de même signe. \underline{b}_1 et \underline{b}_2 sont donc comme indiqués sur la figure V.8, "montants" le long de l'axe sénaire. Les deux dislocations, en se rencontrant, peuvent donc former, le long d'une jonction attractive, une super-dislocation 2<u>c</u> fortement sessile. Cette super-dislocation est d'autant plus sessile qu'elle possède un cœur non planaire ([Strudel, 2000]).

En ce qui concerne les lentilles observées et qui ne sont pas des macles, une explication est fournie dans la partie V.3. Elle est inspirée des résultats des calculs multicristallins par éléments finis que cette partie rapporte.

Des essais de microscopie interférométrique réalisés à l'IRSID¹, ont permis de caractériser, du point de vue de la rugosité, les différents modes de déformation que nous venons d'identifier. Le premier d'entre eux, le glissement, se trouve sur la figure V.11. La rugosité induite par le glissement cristallographique "homogène", dans le sens *absence de localisation*, est très faible, de l'ordre du dixième de micron.

La figure V.12 montre le même type d'information concernant le maclage. Un système de maclage particulièrement générateur de rugosité a été choisi (i.e. un plan d'accolement très désorienté par rapport à la tôle). Comme le montre la figure V.12 (c), la rugosité induite par le maclage est supérieure d'un ordre de grandeur à celle induite par le glissement homogène.

Enfin, le même type d'analyse a également été réalisé sur les "lentilles" évoquées précédemment. La cartographie interférométrique souffre d'une mauvaise définition dans le plan (x,y), ce qui constitue la faiblesse de ces instruments. En couplant les informations fournies par l'analyse interférométrique à des images MEB, on peut cependant obtenir une information fiable : la rugosité induite par ces lentilles est de l'ordre de $2\mu m$, soit 20% de l'épaisseur du revêtement (figure V.13).

L'ensemble des modes de déformation observés est résumé sur le triangle standard (i.e. projection stéréographique de la direction macroscopique de traction < 100 > pour chaque orientation (grain) analysée) qui se trouve figure V.14. Le terme "homogeneous glide" renvoie à l'idée d'absence de mécanisme de localisation tels que la formation de chevrons. Il s'agit typiquement des grains tels que celui de la figure V.3 (b). L'ensemble des mécanismes de déformation sont directement influencés par la cristallographie des grains : les frontières du triangle de la figure V.14 sont bien clairement définies. En particulier, on ne note pas d'influence de la taille des grains dans l'intervalle de tailles de grains expérimentalement étudié ici.

b) Cinématique du maclage

La figure V.15 montre une même zone de revêtement **NSK** en traction simple, à divers taux de déformation. On constate que de 0 à 7,5%, de nombreuses macles naissent dans les deux grains observés. Ces germinations ont lieu sur les défauts du type joints de grains ou encore sur les points de dureté qui servent à repérer la zone. Les grains qui maclent présentent en général deux systèmes de maclage actifs, symétriques par rapport à la direction de traction. A partir de 7,5% de déformation, on n'assiste plus à la germination de nouvelles macles mais à la croissance des anciennes macles. A partir de 15% de déformation, ces macles peuvent à ce point croître qu'elles se touchent et finalement coalescent pour ne former qu'une seule macle de taille très importante.

Cette cinématique se retrouve dans tous les grains qui présentent des macles : d'abord germination de nombreuses macles jusqu'à 5 à 7% de déformation puis croissance et parfois coalescence des macles déjà existantes. Peu de nouvelles macles se forment alors.

¹Irsid, voie romaine, BP 30320,57283 Maizières-lès-Metz Cedex, France.



FIG. V.6 – Formation de chevrons par intersection de systèmes de glissement pyramidaux π_2 symétriques par rapport à l'axe sénaire



 $\epsilon_{11}=15\%$

 $\epsilon_{11}=21,8\%$

FIG. V.7 – Essai de traction interrompu sur tôle NSK. Observation à divers taux de déformation. Observation en lumière polarisée



FIG. V.8 – Mécanisme de formation de chevrons à l'intersection de deux glissements pyramidaux π_2 symétriques par rapport à l'axe sénaire



FIG. V.9 – Traction interrompue NSK. Formes lenticulaires au sein d'un grain. Chevrons à l'intersection de deux systèmes de glissement pyramidal π_2 symétriques par rapport à l'axe sénaire

V.2.2 Revêtement skin-passé SK

On ne peut sur ce type de revêtement réaliser une identification des modes de déformation comme cela vient d'être fait sur le revêtement **NSK**. En effet, la microstructure très complexe induite par le *skin–pass*, qui introduit de nombreuses macles au sein de tous les grains, augmente considérablement les temps nécessaires à une analyse EBSD de à peine quelques grains. En ce qui concerne les activités des systèmes de glissement, on ne peut donc que postuler qu'elles sont identiques à celles des systèmes de glissement du revêtement **NSK**. La figure V.16 constitue cependant un début de preuve qui va dans ce sens : la zone a été analysée sous forme de pointés (ce sont les nombres indiqués sur la figure V.16); on a identifié quelques lignes de glissement. On constate que, là-encore, on a surtout du glissement pyramidal π_2 : comme le montre la projection stéréographique associée à ces pointés (figure V.17), ces résultats sont cohérents avec ceux obtenus sur le revêtement **NSK**. Sur la figure V.16, on constate de plus : de la recristallisation (pointé 9, sous–figure 5 et pointé 8, sous–figure 6), lorsque le cristal mère ne glisse pas facilement (pointés 13, 15, 19, 20, 21 et 23 sous–figures 7, 8 et 9), les macles croissent tout au long de la déformation (pointés 12, 16, 14, 22 et 24 sous–figures 7 et 9) : on retrouve des résultats identiques à ceux obtenus dans le cas du revêtement **NSK**.

En ce qui concerne le maclage, on peut réaliser un essai de traction interrompu et observer la cinématique du maclage. C'est ce que rapporte la figure V.18. On constate tout d'abord que la période de germination est biaisée par rapport au cas **NSK** : on n'observe pas de nouvelles macles durant les premiers pourcents de la déformation. Il ressort finalement de cet essai que l'on assiste seulement à la croissance des macles induites par le *skin-pass*. La croissance des macles ne se fait par contre pas uniformément comme dans le cas **NSK** où tous les systèmes de maclage actifs semblent croître à même vitesse. Dans le cas **SK**, seules les macles bien orientées croissent. Cela est dû au fait que deux sollicitations totalement différentes sont à l'origine respectivement de la germination (le *skin-pass*) et de la croissance (la traction).

Si on poursuit l'essai de traction sur la tôle **SK** jusqu'à de très grands taux de déformation (50% à rupture), on peut observer de larges zones de recristallisation. Sur la figure V.19, on peut voir une telle zone entre deux joints de grains. Ce processus de recristallisation s'initie soit aux joints de grains, soit à l'intersection entre plusieurs macles, soit enfin à l'intersection d'une macle et d'un joint de grains. C'est ce que confirment les micrographies de la partie III.2.2c) qui montrent les différentes phases de la recristallisation qui mènent à l'obtention du revêtement à petits grains dit **SKTT**.

V.2.3 Revêtement à petits grains SKTT

L'identification des modes de déformation sur le revêtement à petits grains **SKTT** est possible. La microstructure est composée de grains de 20 à $60\mu m$ sans macles ni autre raffinement de la microstructure. On a toujours un seul grain de zinc dans l'épaisseur.

La figure V.20 (a) montre l'analyse EBSD antérieure à toute déformation plastique. Dans le cas de ce revêtement comme pour le zinc massif, l'analyse des modes de déformation n'est juste que durant les premiers pourcents. Au delà de 2 à 3 pourcents, les grains ne sont plus dans le plan (RD,TD) et on ne peut plus appliquer la méthode d'identification comme expliqué dans l'annexe A-V. La figure V.20 (b) montre l'analyse particulière de trois grains. Comme on peut le constater, le glissement basal est prépondérant. Le glissement pyramidal π_2 est cependant encore bien présent. Son activité semble dépendre de la taille du grain analysé : plus le grain est gros, plus son comportement se rapproche de celui des grains du revêtement **NSK**. Pour les plus petits grains, le glissement pyramidal π_2 est localisé, lorsque présent, au voisinage des joints de grains.

Après 1% de déformation en traction simple, on compte un seul mode de déformation par grain : le glissement basal est identifié 14 fois sans ambiguïté, le glissement pyramidal π_2 11 fois sans ambiguïté. Les autres systèmes de glissement ne sont pas clairement identifiés. Des ambiguïtés subsistent pour 50% des grains pour lesquels le glissement basal est cité dans 50% des cas, le glissement pyramidal π_2 dans 75% des cas, les glissements prismatique et pyramidal π_1 respectivement dans 25% et 40% des cas. Après 3% de déformation, la forte domination du glissement basal et du glissement pyramidal π_2 se confirme. On a alors 1,4 systèmes actifs par grain ; aucune macle n'est apparue à ce niveau de déformation parmi les 48 grains analysés. On n'observe pas d'évolution importante dans les modes de déformation pour des taux de traction supérieurs.

A de très grands taux de déformation, on peut observer des mécanismes de localisation comme dans le cas **NSK**. Les trois mécanismes déjà vus sont représentés sur les figures V.21, V.22 et V.23 où l'on peut voir respectivement du maclage, des formes lenticulaires et de la formation de chevrons. Ces trois mécanismes sont extrêmement rares puisqu'il a fallu aller les trouver en dehors des 48 grains analysés en EBSD. Encore ces mécanismes ne concernentils que les "gros grains". Les modes de déformation expérimentalement observés sur le revêtement **SKTT** en traction simple, sont résumés sur le triangle standard de la figure V.24. On voit que le glissement basal occupe la plus grande surface de ce triangle. Les frontières indiquées sont très fortement dépendantes de la taille de grains : les flèches indiquent le sens de l'évolution des frontières pour une diminution de la taille de grains.



FIG. V.10 – *Traction interrompue NSK. Rotation de réseau associée au grain à formes lenticulaires de la figure V.9 : ces lentilles ne sont pas des macles*

a)





FIG. V.11 – Mesure de la rugosité induite par le glissement cristallographique : (a) identification des systèmes, (b) cartographie interférométrique, (c) profil issu de la cartographie (b)



a)



FIG. V.12 – Mesure de la rugosité induite par le maclage (a) identification des systèmes, (b) cartographie interférométrique, (c) profil issu de la cartographie (b)

a)





FIG. V.13 – Mesure de la rugosité induite par les lentilles (a) identification des systèmes, (b) cartographie interférométrique, (c) profil issu de la cartographie (b)



FIG. V.14 – Triangle standard expérimental du zinc revêtement NSK en traction simple



 $\epsilon_{11}=0$





 $\epsilon_{11}=7,5\%$

 $\epsilon_{11}=15\%$



 $\epsilon_{11}=21,8\%$

FIG. V.15 – Essai de traction interrompu sur tôle NSK. Observation à divers taux de déformation. Observation en lumière polarisée



FIG. V.16 – Identification des mécanismes de déformation sur tôle **SK** après traction simple. L'analyse partielle des modes de déformation montre qu'ils sont identiques à ceux du cas **NSK**



FIG. V.17 – Projection stéréographique associée à la figure V.16 : traction simple sur tôle SK



 $\epsilon_{11}=2,9\%$





FIG. V.18 – Essai de traction interrompu sur tôle SK. Observation à divers taux de déformation. Observation en lumière polarisée



FIG. V.19 – Recristallisation aux joints de grains lors d'un essai de traction à rupture. L'axe de sollicitation est porté par DT. Observation en lumière polarisée



FIG. V.20 – (a) analyse EBSD de la zone étudiée d'une éprouvette de traction simple de revêtement **SKTT** avant toute déformation – (b) identification des modes de déformation après 2,5% en traction



FIG. V.21 – Maclage dans le revêtement SKTT, en traction simple, à des taux de déformation importants



FIG. V.22 – Apparition de formes lenticulaires sur le revêtement **SKTT**, en traction simple, à des taux de déformation importants



FIG. V.23 – Formation de chevrons dans le revêtement **SKTT**, en traction simple, à des taux de déformation importants



direction: 100

FIG. V.24 – *Triangle standard expérimental du zinc revêtement* **SKTT** *en traction simple. Les flèches indiquent l'évolution qui correspond à une diminution de la taille de grains*

En conclusion

Les modes de déformation de trois types de revêtement ont été identifiés.

- Le premier de ces revêtements, le revêtement **NSK**, qui se caractérise par des grains en forme de crêpe, longs de 600µm, épais de 10µm et avec un axe sénaire orienté perpendiculairement à la tôle, montre un comportement tout à fait atypique avec, dès les premiers pourcents de déformation, au moins trois modes de déformation par grain et un glissement basal complètement sous-représenté par rapport à ce que nous enseigne la littérature. La maclage et le glissement pyramidal π_2 sont quant à eux très nettement surreprésentés par rapport à ce que rapporte la littérature. Enfin ce revêtement présente des mécanismes de localisation : la formation de chevrons dûs à l'intersection de deux systèmes de glissement pyramidaux π_2 symétriques par rapport à l'axe sénaire et enfin la formation de boursouflures lenticulaires. Une explication a été avancée pour la formation des chevrons, dont la littérature ne parle pas. Dans la partie suivante, nous proposerons une explication pour la formation des formes lenticulaires. La cinétique du maclage a également été clairement identifiée.
- Le second revêtement étudié, le revêtement SK diffère du premier par un affinement de la microstructure dû à l'introduction de nombreuses petites macles lors du skin-pass. On suppose que cela n'a pas d'effet sur l'activation des systèmes de glissement. Cette hypothèse a été confirmée par des observations sur le revêtement SK. Par contre nous avons vu que la cinématique de maclage est biaisée : la phase de germination de nouvelles macles n'existe plus.
- En ce qui concerne le troisième revêtement étudié, le revêtement SKTT, qui se caractérise par des grains 10 fois plus petits (mais une texture à peu près équivalente), la différence de comportement d'avec le revêtement NSK est majeure : à peine plus d'un système actif par grain, le glissement basal reprend sa première place, on n'observe pas de maclage.

Nous allons tenter d'apporter une explication à ces phénomènes grâce à la modélisation multicristalline qui suit.

V.3 Modélisation d'une microstructure réelle en traction simple

Comme on l'a souligné à diverses reprises, le revêtement **NSK** se caractérise par des grains en forme de crêpe, très étalés dans le plan de la tôle, épais de seulement $10\mu m$, soit l'entière épaisseur du revêtement. La configuration correspondant à plusieurs monocristaux apposés les uns à côté des autres du revêtement est donc une caractéristique majeure : c'est ce qu'on appelle un multicristal. Toute modélisation qui désire rendre compte de manière réaliste des modes de déformation actifs au sein des grains de zinc doit conserver cet aspect multicristallin. Cette partie reprend une partie de ce qui fut publié par Parisot *et al.* dans [Parisot et al., 2000].

Nous avons donc réalisé un maillage pour calcul par éléments finis qui satisfait cette priorité. Afin d'abonder dans le sens d'un réalisme encore plus fort, nous nous sommes appuyés sur une microstructure réelle caractérisée aussi complètement que possible : microscopie optique, EBSD. La structure 2D ainsi obtenue a pu être extrudée pour obtenir une représentation 3D du revêtement. Ce faisant, on fait l'hypothèse complètement justifiée que les joints des grains de zinc sont perpendiculaires à la surface de la tôle. La couche de zinc élaborée, on la dépose sur un substrat d'acier au comportement mécanique orthotrope, homogène. On réalise alors un calcul de traction sur une telle structure. Comme nous allons le voir, les conditions aux limites imposées sur les bords de l'éprouvette sont celles vraies de la petite éprouvette de traction *in situ* qui a servi de base à ce maillage.

Grâce au dépouillement très riche qu'offre ce genre de modélisation, nous allons pouvoir mettre en exergue plusieurs phénomènes : l'effet du substrat sur l'état des contraintes dans les grains de zinc, l'existence ou non de gradients dans les grains de zinc (gradients dans le plan de la tôle, gradients dans l'épaisseur du revêtement), les hétérogénéités de déformation plastique, ainsi que d'autres effets plus surprenants comme la rugosité induite par la plasticité.

V.3.1 Maillage issu d'une microstructure réelle

La partie utile d'une éprouvette de traction *in situ* a été caractérisée par microscopie optique et par EBSD. La géométrie d'une telle éprouvette est donnée figure III.8. La figure V.25 montre la microstructure d'une zone de 3,7mmx1,5mm du centre de l'éprouvette. Les 1,5mm de large correspondent à la largeur réelle de l'éprouvette. L'analyse EBSD (figure V.26) réalisée sur la même zone révèle des grains avec un axe <u>c</u> perpendiculaire à la tôle. Seuls 10 grains sur les 34 analysés sont réellement désorientés par rapport à cette position.

A partir de ces données, nous réalisons un maillage 2D en respectant la morphologie des grains ainsi que leur orientation. On donne alors une épaisseur à cette couche de zinc pour obtenir une couche d'éléments 3D. On compte 1029 éléments 3D par couche 3D ; on empile 4 couches pour mailler le revêtement dans son ensemble. La figure V.27 schématise l'approche adoptée. Ce revêtement d'une épaisseur de 4 éléments 3D est alors "déposé" sur le substrat ferritique qui compte une unique couche 3D de 1029 éléments également. Des calculs avec 4 couches d'éléments pour mailler le substrat ont également été réalisés, l'épaisseur de ces éléments obéissant à une loi géométrique (la première couche près de l'interface ayant une épaisseur de $2,5\mu n$). Ces calculs n'ont pas montré de différence notable avec ceux pour lesquels le substrat ne possède qu'une couche d'éléments 3D. Le comportement mécanique du substrat est homogène ; sa loi de comportement a été identifiée dans la partie III.2.1d). Le maillage 3D de la structure ainsi obtenue est donc composé de 5145 éléments, soit 37170 points d'intégration (éléments réduits) et 22165 noeuds pour des éléments quadratiques. On n'a plus que 5646 noeuds avec des éléments linéaires. On applique les conditions aux limites suivantes :

- Déplacement $\underline{U}_3 = 0$ au niveau du plan de symétrie du substrat
- Déplacement \underline{U}_1 imposé sur les deux plans (x_2, x_3)
- Les autres plans sont libres de force

La simulation de traction simple a été réalisée jusqu'à 2% de déformation macroscopique (auxquels correspondent des déformations locales nettement plus importantes). Cependant les dépouillements présentés sont pour une déformation macroscopique de 1% ; on ne note pas de différence de comportement entre ces deux déformations. Un calcul identique a été réalisé sur la couche de zinc seule afin d'aborder l'influence du substrat sur les modes de déformation du revêtement.

La caractère 3D de la simulation ainsi que la forte non-linéarité des équations du comportement des grains de zinc impliquent des temps de calcul très longs (plusieurs semaines; calcul séquentiel). Le nombre d'éléments permet encore d'effectuer un tel calcul sur une station de travail. Ce nombre reste cependant trop faible pour avoir une bonne convergence : des différences notables se font jour entre le calcul avec éléments quadratiques et le calcul avec éléments linéaires. Dans ce dernier cas, la réponse du revêtement est plus "raide" : les mécanismes de localisation sont moindres par rapport au cas quadratique. Cependant, comme nous allons pouvoir le constater, les résultats sont suffisants pour dégager des tendances de la déformation de la tôle revêtue. Un raffinement du maillage requiert la parallélisation des calculs.


FIG. V.25 – Analyse microstructurale d'une éprouvette de traction in situ. Observation en lumière polarisée. Les parties non-polies sont dues au vernis appliqué sur les tranches de la tôle afin d'éviter toute réaction électrochimique locale



FIG. V.26 – Analyse EBSD d'une éprouvette de traction in situ ainsi que la figure de pôles inverse correspondante



FIG. V.27 – Maillage éléments finis d'une éprouvette de traction in situ testée expérimentalement

V.3.2 Lois de comportement

Les lois de comportement utilisées dans cette modélisation sont issues :

- Pour le substrat, de l'identification sur l'acier ferritique du matériau NSK seul après dissolution du zinc.
 Cette identification est rapportée dans la partie III.2.1d) de ce manuscrit.
- Pour les grains de zinc, la loi de comportement multicristalline est celle issue de la revue bibliographique réalisée dans la partie II.2. On n'a malheureusement pas eu le temps nécessaire pour utiliser la loi de comportement identifiée par méthode inverse sur le zinc massif (voir la partie IV.2.4 de ce manuscrit). En particulier le rapport $\tau_{0c}^{bas}/\tau_{0c}^{\pi_2}$ vaut 0,1 : le glissement basal est au moins dix fois plus facile à activer que les autres modes de déformation. Comme nous l'avons déjà vu dans la partie IV.2.4 et comme nous le verrons dans la partie VIII.1, il est nécessaire de revoir ce rapport à la baisse.

V.3.3 Résultats

a) Modes de déformation actifs et localisation de la déformation

Après $E_{11} = 1\%$ de déformation macroscopique en traction simple, la déformation locale, ε_{11} reste relativement homogène au sein de chaque grain. Ceci à l'interface bien sûr mais aussi, comme le montre la figure V.28, à la surface libre : ε_{11} varie de 0,003 à 0,02 et les maxima sont localisés près des joints de grains. La déformation est imposée, dans le volume des grains, par le substrat. A cet état de déformation homogène correspondend cependant de très fortes hétérogénéités plastiques. La figure V.29 montre les différents systèmes actifs dans les grains après la même élongation macroscopique. Le glissement basal (γ_{eq}^{bas}) est nettement plus actif que les systèmes non-basals : comme le montre la figure V.29 (a), certains grains ont près de 10% de plasticité due au glissement basal quand d'autres grains ont un comportement encore élastique. On observe de fortes concentrations de contraintes aux joints de grains (joints qui sont cohésifs dans la simulation); de ce fait, on observe aussi que les systèmes de glissement non-basals sont concentrés au voisinage des joints de grains.

b) Gradient de déformation au travers de l'épaisseur du revêtement

La figure V.30 montre l'activité du glissement basal pour différentes sections du revêtement. On note que seulement deux grains (8 et 28) présentent un gradient de déformation plastique au travers l'épaisseur; l'épaisseur du revêtement semble être trop faible pour permettre de développer un tel gradient à 1% de déformation macroscopique.



FIG. V.28 $-\varepsilon_{11}$ à la surface libre après une déformation macroscopique de $E_{11} = 1\%$



FIG. V.29 – Déformation plastique pour différents systèmes de glissement à la surface libre : (a) glissement basal, (b) glissement prismatique, (c) glissement pyramidal π_2 , (d) maclage. Déformation macroscopique $E_{11} = 1\%$



FIG. V.30 – Déformation plastique par glissement basal : (a) section à l'interface, (b) section à mi-hauteur du revêtement, (c) section à la surface libre. Déformation macroscopique $E_{11} = 1\%$.

V.3.4 Biaxialités des contraintes – Effet du substrat

Afin de comprendre quelle est l'influence du substrat sur les modes de déformation de la couche de zinc, nous avons réalisé un calcul de traction identique à celui de la tôle mais sans substrat (i.e. sur 10µm). Pour ce calcul, les deux faces de zinc sont libres de forces. Sur la figure V.31, on peut voir trois isovaleurs. La première (a) montre l'activité basale des grains de zinc dans la couche de zinc seule, avec une échelle de couleurs appropriée permettant de bien faire ressortir les disparités entre chaque grain. La seconde isovaleurs (b), montre, au même instant, le cas zinc+substrat, avec la même échelle que pour la figure V.31 (a). La comparaison entre ces deux cartographies montre que la localisation de la déformation est nettement plus prononcée en l'absence de substrat, ce dernier tendant à homogénéiser la déformation en l'imposant aux grains, dans leur volume. Dans le cas du système zinc+substrat, l'état de déformation de chaque grain est très proche de celui du substrat. Comme nous allons le montrer, à cet état de déformation correspond un état de contrainte biaxiale. La troisième isovaleurs (c) est identique à l'isovaleurs (b) mais avec une échelle plus appropriée. La comparaison entre (a) et (c) montre que les grains dont l'activité plastique est la plus importante ne sont pas les mêmes en présence ou non d'un substrat : l'état de contrainte des grains de zinc diffère complètement.

Pour expliquer ce phénomène, concentrons-nous sur un grain particulier (le grain 11 de la figure V.27) et réalisons un essai de traction identique (i.e. dans la direction 1) sur un monocristal d'orientation identique. Le monocristal répond à une telle sollicitation par un champ de déformation plastique de la forme :

$$\xi^{p}_{\chi^{11}} \simeq \begin{bmatrix} \epsilon^{p} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & -\epsilon^{p} \end{bmatrix}$$
 (V.1)

où χ^{11} signifie monocristal d'orientation identique à celle du grain 11. Un tel tenseur de déformation est dû au fait que l'on active un seul système de glissement basal, ce dernier glissant dans une direction proche de la direction de traction. Or nous avons vu qu'en présence d'un substrat, ce dernier impose son état de déformation ε_{sheet}^{p} , au revêtement. Si on suppose que le substrat possède un comportement mécanique isotrope, il en résulte un état de contrainte biaxiale pour le grain 11, avec une très forte contrainte moyenne de compression dans le sens travers (valeurs fournies par la simulation) :

$$\varepsilon_{\text{sheet}}^{p} \simeq \begin{bmatrix} \varepsilon^{p} & 0 & 0\\ 0 & -\frac{\varepsilon^{p}}{2} & 0\\ 0 & 0 & -\frac{\varepsilon^{p}}{2} \end{bmatrix}, \quad \left\langle \sigma_{grain^{11}} \right\rangle \simeq \begin{bmatrix} \sigma & 0 & 0\\ 0 & -3.1\sigma & 0\\ 0 & 0 & 0 \end{bmatrix}$$
(V.2)

La figure V.32 donne l'état de contraintes du grain 11 en présence du substrat. Cet état de contraintes est la raison pour laquelle on active des systèmes de glissement non-basals. Ce raisonnement se généralise à quasiment tous les grains de zinc en présence. Ces résultats sont encore exarcerbés par le comportement mécanique orthotrope du substrat dont le coefficient de Lankford ($\varepsilon_{22}/\varepsilon_{33}$) $\simeq 2$.

a) Flambement possible dû à l'état biaxial des contraintes – Apparition des lentilles

Nous venons de voir qu'un état biaxial des contraintes existe dans quasiment chacun des grains de zinc qui composent le revêtement modélisé. Imaginons ce qu'une telle situation peut provoquer sur un grain dont l'interface présente des défauts d'accrochage, autrement dit des zones où il n'y a pas de contact entre le substrat et le revêtement. La figure V.33 montre le maillage qui modélise une telle situation. La taille de "l'entaille" à l'interface est de $40\mu m$. Le monocristal de zinc est orienté presque identiquement au grain 11 de la modélisation précédente : on s'attend donc à avoir des contraintes latérales de compression. Cette orientation est légèrement modifiée pour pouvoir réaliser un calcul 2D.

La figure V.34 donne le résultat fourni par la modélisation de traction simple dans le sens 2. La déformée résultante est amplifiée. En donnant, par la pensée, une profondeur à cette isovaleurs, la figure V.34 est de morphologie très proche des lentilles expérimentalement observées en traction simple sur le revêtement **NSK**. On verra qu'expérimentalement ces lentilles disparaissent dès que la sollicitation devient biaxiale (traction large et expansion équibiaxiale), ce qui renforce l'idée que leur existence peut–être reliée à un effet de flambement. Toutefois, des défauts d'accrochage de cet ordre, $40\mu m$, n'ont pas été observés expérimentalement.

b) Comparaison avec l'expérience

La figure V.35 compare la réponse macroscopique de la simulation avec l'essai réel. La présence de la couche de zinc n'a que très peu d'influence sur la réponse globale du substrat. Les différences de la figure V.35 sont dues



(b) : Avec substrat – jeu de couleurs A



min value = 0.0 max value = 0.0009

(c) : Avec Substrat – jeu de couleurs B



FIG. V.31 – Influence du substrat sur l'activité du glissement basal dans les grains du revêtement. Déformation macroscopique $E_{11} = 0,05\%$. Voir les commentaires dans la partie V.3.4.



FIG. V.32 – Etat de contraintes dans le grain 11 en présence d'un substrat



FIG. V.33 – Maillage d'un grain de zinc présentant un défaut de 40µm à l'interface avec le substrat



FIG. V.34 – Flambement d'un grain de zinc présentant un défaut à l'interface avec le substrat

aux problèmes de précision et d'acquisition sur des petites structures. La comparaison locale est malheureusement assez décevante et se limite à la mise en évidence de ruptures intergranulaires qui peuvent être associées aux concentrations de contraintes révélées par la simulation (figure V.36). Ce comportement aux joints de grains a également été souligné par Lietzau *et al.* [Lietzau et al., 1998]. L'observation et l'analyse des lignes de glissement est rendue impossible à cause de la couche d'oxyde qui s'est développée après l'essai.

V.3.5 Influence de la taille des grains

Un calcul multicristallin s'inspirant de la microstructure du revêtement à petits grains **SKTT** a été réalisé. Les grains du revêtement modélisé ont donc une taille de l'ordre de $40\mu m$ dans le plan de la tôle.

Les formes des grains dont on s'inspire pour réaliser le maillage sont identiques à celles du calcul à gros grains : cela nous permet de comparer ces deux calculs et d'en extraire ainsi l'influence de la taille des grains de zinc. Le maillage utilisé est sur la figure V.37. Il est, dans ses aspects techniques (nombre de noeuds, d'éléments, etc), identique au maillage avec éléments linéaires du cas à grains crêpes.

Les résultats sont fournis après E = 1% de déformation macroscopique.

Tandis que nous avions vu que la composante ε_{11} du tenseur des déformations était relativement homogène dans le corps des grains de zinc, lorsque ces derniers ont une morphologie de type crêpe, des gradients très forts se développent lorsque les grains se rapprochent d'une morphologie équiaxe. La figure V.38 montre ainsi les gradients de déformation (à travers sa composante dans la direction de traction) et de contraintes (à travers sa composante dans le sens travers). Comme on le constate ces gradients sont très prononcés.

Le revêtement est maillé avec 4 couches d'éléments; les gradients se développent dès la première couche d'éléments, la plus proche de l'interface.

La figure V.39 montre les gradients des déformations plastiques dues à deux familles de systèmes de glissement : la famille basale et la famille pyramidale π_2 . On constate que l'on a des gradients tout aussi importants (ils se développent également dès la première couche d'éléments), et que le mode de déformation principal est le glissement basal : le glissement pyramidal π_2 est localisé aux joints des grains. Ceci corrobore ce qui a été expérimentalement observé : les grains du revêtement à petits grains **SKTT**, tels qu'observés au microscope, c'est-à-dire en surface, se déforment essentiellement par glissement basal. La figure V.39 montre en effet que le glissement basal et le glissement pyramidal π_2 sont d'un ordre de grandeur comparable à l'interface, ce qui n'est plus du tout le cas à la surface libre. Comme l'état de déformation à l'interface s'efface très rapidement au profit d'un état de déformation proche de celui observé à la surface libre, le glissement basal est le mode de déformation principal dans le corps des grains.

Les gradients qui se développent dans le plan de la tôle, au sein de chaque grain, sont également plus importants que dans le cas des grains crêpes : la localisation de la déformation est plus marquée lorsque les grains tendent vers une morphologie équiaxe.

Les résultats obtenus dans cette partie le sont avec des éléments linéaires. Cela implique une certaine raideur des éléments : les gradients obtenus seraient encore plus importants si nous avions utilisé des éléments quadratiques.



FIG. V.35 – Réponses mécaniques globales de l'expérience et de la simulation par éléments finis substrat+revêtement



FIG. V.36 – Fissures intergranulaires observées expérimentalement. Les grains 10, 11 et 20 (voir la figure V.27 pour repérer ces grains)



FIG. V.37 – Maillage du calcul multicristallin à petits grains. On conserve le maillage du cas à gros grains mais on réduit le rapport "d'écrasement" de ces derniers : Il est de 4 au lieu d'être de 50



 ϵ_{11} à la Surface libre



FIG. V.38 – Très forts gradients pour le revêtement à petits grains : ε_{11} de traction/laminage, de la contrainte σ_{22} , dans le sens travers



FIG. V.39 – Très forts gradients pour le revêtement à petits grains : γ_{eq}^{bas} déformation plastique par glissement basal, $\gamma_{eq}^{\pi_2}$ déformation plastique par glissement pyramidal π_2 . Les 4 isovaleurs ont la même échelle

En conclusion

Les modes de déformation en traction simple de trois microstructures différentes de revêtements de zinc ont été analysés. Cette analyse qui allie EBSD, microscopie et modélisation par éléments finis a permis de montrer :

- Du point de vue expérimental :
 - Le revêtement NSK, dont les grains ont une morphologie de type crêpe (600µm de diamètre pour 10µm d'épais), a au moins 3 modes de déformation par grain et ce dès les premiers pourcents de déformation. Contrairement à ce que l'on peut lire dans la littérature, le glissement basal n'est pas le mode de déformation majoritaire; il est largement supplanté par le glissement pyramidal π₂ et le maclage. La texture seule ne permet pas d'expliquer un tel état de fait. La cinétique du maclage a été dégagée grâce à des essais de traction interrompue.
 - Le revêtement SK dont la microstructure est identique à celle du revêtement NSK mais avec de nombreuses petites macles en plus (dues au skin-pass) possède des modes de comportement identiques. La cinétique du maclage est par contre biaisée : la phase de germination telle qu'observée dans le cas du revêtement NSK n'a plus lieu.
 - Pour le revêtement SKTT, dont les grains ont une morphologie plus conventionnelle (40µm de diamètre pour 10µm d'épais), on ne compte plus qu'un seul mode de déformation actif par grain, essentiellement du glissement basal. On n'observe plus de maclage.
 - Deux mécanismes de localisation de la déformation ont été identifiés : la formation de chevrons et la formation de lentilles.
- Du point de vue modélisation :
 - Les calculs multicristallins ont porté sur une microstructure réelle.
 - On a montré que dans le cas NSK, les déformations imposées aux grains de zinc (dans leur volume) sont celles du substrat. Cela a pour effet d'activer de nombreux systèmes de glissement. Cela engendre un état de contraintes biaxial dans les grains de zinc. Cet état de contraintes est une explication possible de la formation des lentilles observées expérimentalement.
 - Dans le cas du revêtement SKTT, cela n'est plus vrai : des gradients de contraintes et de déformation se développent dans les grains de zinc. L'état de contraintes biaxial ne se retrouve qu'à l'interface ; plus on se rapproche de la surface libre, plus on tend vers un état de contrainte uniaxial. En conséquence, on n'active, dans chaque grain, plus que le glissement basal essentiellement.

Dans le chapitre suivant, nous allons réaliser une analyse identique pour des sollicitations multiaxiales. A la fin de ce chapitre, se trouve un tableau récapitulatif des modes de déformation observés sur l'ensemble des revêtements et sous toutes les sollicitations analysées.

Chapitre -VI-

Comportement des revêtements sous chargement multiaxial

Dans ce chapitre, on réalise l'analyse des modes de déformation des revêtements sous sollicitations biaxiales (traction large, expansion équibiaxiale). Ces essais mécaniques s'accompagnent des premières manifestations de l'endommagement au sein des grains de zinc formant les revêtements étudiés.

Ce chapitre a été séparé du précédent pour en faciliter la lecture, néanmoins, il reste ardu; nous préférons avertir le lecteur.

A la fin de ce chapitre, se trouve un tableau récapitulatif des modes de déformation observés sur l'ensemble des revêtements et sous toutes les sollicitations analysées.

Sauf mention contraire, l'axe des micrographies des essais de traction large de ce chapitre est horizontal.

VI.1 Modes de déformation en traction large

Puisque l'on s'intéresse au comportement des revêtements de zinc lors des phases d'emboutissage, il est très important d'observer d'autres cas de sollicitation que celui de la traction simple, en particulier les essais biaxiaux. Nous commençons par la traction large.

VI.1.1 Revêtement non skin-passé, NSK

Le principe est toujours le même : analyse EBSD avant toute déformation, déformation de quelques pourcents, identification des modes de déformation puis observation de l'évolution du nombre de systèmes actifs et du maclage pour des taux de déformation plus importants.

La taille des échantillons (45mmx70mm) qui seront emboutis est trop importante pour permettre une configuration classique d'analyse EBSD. Les nouvelles conditions expérimentales (angle de tilt de 63°, distance de travail de 25mm) ne sont plus aussi optimales. Les temps de réponse sont donc plus longs et on observe une légère hystérèse entre deux pointés comme le montre la figure VI.1 (b) où l'on voit des "traces" horizontales de cette hystérèse au niveau des joints de grains.

Les mesures de déformation sont réalisées grâce à un réseau de cercles. On rappelle que cette mesure n'est précise qu'au pourcent près.

Après 2% de déformation équivalente ¹, on compte 3 modes de déformation actifs par grain (i.e. 144 modes pour 50 grains). Le glissement basal a été identifié 14 fois, sans ambiguïté, le glissement pyramidal π_2 65 fois, le glissement pyramidal π_1 3 fois et le glissement prismatique seulement une fois. Le maclage est compté 16 fois. Il reste donc 32% des modes pour lesquels on a plusieurs solutions : le glissement basal est cité pour 16% de ces modes, les glissements pyramidaux π_2 et π_1 sont cités chacun pour 50% de ces modes et le glissement prismatique également pour 16%.

Le maclage est assez important à 4% de déformation ; il se développe pour envahir presque entièrement certains grains à 10% de déformation (figure VI.2 (a)). On compte 46 macles à 10% de déformation, soit 30 de plus qu'à 4% de déformation. Ces 30 macles représentent 68% des nouveaux modes de déformation observés après 10% de déformation en traction large. Le glissement pyramidal π_2 est à nouveau le glissement le plus actif comme dans les grains H et G de la figure VI.2 (b).

La figure VI.3 donne le triangle standard obtenu expérimentalement. Ce triangle est très semblable à celui obtenu en traction simple. Notons simplement que la zone où le maclage est actif est plus importante que dans le cas de la traction simple. On retrouve le phénomène de formation de chevrons. Par contre les formes lenticulaires observées en traction simple ont disparu. Cela est cohérent avec l'idée que ces formes lenticulaires sont un effet de l'état biaxial des contraintes. En effet, en traction large, l'état de déformation imposé par le substrat est beaucoup plus proche de celui pris par les grains de zinc sous un état de contrainte de traction simple. On ne retrouve donc pas cette composante fortement compressive de la contrainte dans le sens travers responsable de l'effet "flambement" dont nous avons souligné la possibilité antérieurement.

VI.1.2 Revêtement *skin–passé* + traitement thermique, SKTT

La figure VI.4 montre les résultats de quelques uns des 59 grains analysés. Après 4% de déformation en traction large, on compte 84 modes de déformation actifs, soit 1,4 modes par grain. Lorsque le glissement basal est présent, il est, en règle générale, dominant. Cependant, étant donnée la texture, parmi les 47 modes identifiés sûrement, on ne compte que 14 traces de glissement basal pour 28 traces de pyramidaux π_2 . On compte également 4 macles, une trace de glissement pyramidal π_1 mais aucune de glissement prismatique. Parmi les 37 modes non-identifiés, on cite le glissement basal dans 6% des cas, les glissements pyramidaux, chacun dans 37% des cas, et le glissement prismatique dans 21% des cas.

Le triangle standard est donné figure VI.5. La flèche indique le sens de l'évolution liée à une diminution de la taille de grains. On retrouve l'effet de la taille de grains : quand les grains sont petits, des gradients de contrainte et de déformation se développent dans l'épaisseur et nous ne sommes plus dans le cadre strict des déformations imposées comme dans le cas **NSK**. En surface, on retrouve donc un nombre de systèmes actifs plus faible avec un glissement basal bien représenté. Sur la micrographie de la figure VI.4, on peut apprécier un tel effet.

¹La déformation équivalente est définie par $\varepsilon_{eq} = \sqrt{\frac{2}{3}\varepsilon} : \varepsilon = \sqrt{\frac{4}{3}J_2(\varepsilon)}$



FIG. VI.1 – Cartographies optique (a) et EBSD (b) de l'échantillon **NSK** pour traction large avant déformation. *Réseau de cercles pour la mesure des déformations*



FIG. VI.2 – Modes de déformation du zinc **NSK** en traction large, $\varepsilon_{eq} = 10\%$: (a) maclage, (b) glissement



direction: 100





FIG. VI.4 – Modes de déformation du zinc **SKTT** en traction large, $\varepsilon_{eq} = 10\%$



FIG. VI.5 – *Triangle standard expérimental du zinc* **SKTT** *en traction large. La flèche donne l'évolution correspondant à une diminution de la taille de grains*

VI.2 Cas de l'expansion équibiaxiale

Nous allons procéder à une analyse maintenant classique des modes de déformation pour les revêtements NSK et SKTT.

VI.2.1 Revêtement non skin-passé, NSK

La figure VI.6 montre deux types de comportement classiques obtenus en expansion équibiaxiale : le premier où trois systèmes de glissement pyramidal π_2 actifs ont des traces qui forment un triangle équilatéral ; le second où l'on retrouve la formation de chevrons avec du glissement transversal à la direction du chevron. A 5% de déformation, on compte 3,5 modes actifs par grain : parmi les identifications sans ambiguïté (89 modes), on compte 48% de glissement pyramidal π_2 , 38% de maclage, 9% de glissement basal, 3% de glissement pyramidal π_1 et enfin une trace due au glissement prismatique. Il y a 58 modes non-identifiés univoquement. Pour ces lignes de glissement, les glissements pyramidal π_2 et π_1 représentent respectivement 41% et 33% des propositions ; les glissements basal et prismatique représentent respectivement 16% et 10% des propositions.

On a donc toujours une très forte domination du glissement pyramidal π_2 et du maclage qui prend une part nettement plus importante dans la déformation plastique. La figure VI.7 qui donne le triangle standard suivant la direction macroscopique <u>ND</u> (direction qui caractérise l'essai) traduit l'importance de ces deux modes de déformation. Les grains B et V ont clivé après 5% de déformation équivalente. Un rapide calcul (où l'on suppose être en déformation imposée) donne des contraintes normales de l'ordre de 33MPa pour ces deux grains. A 10% puis 15% aucun autre grain supplémentaire n'a montré de nouvelles fissures de clivage. Or étant à 15% de déformation, d'autres grains auraient dû cliver. Cette constatation nous a amené à la réflexion qui sera faite dans la partie VII.4, qui traite de l'influence d'une couche d'oxyde sur l'endommagement des revêtements.

Sur la figure VI.7, on remarque que l'activation de trois systèmes de glissement pyramidal π_2 formant un triangle équilatéral est un mécanisme qui concerne un grand nombre de grains ; le glissement pyramidal π_2 reste le mode de déformation principal.

VI.2.2 Revêtement *skin–passé* + traitement thermique, SKTT

Dans le cas du revêtement **SKTT** en expansion équibiaxiale, on compte, après 5% de déformation équivalente, 138 modes pour 74 grains soit près de deux modes actifs par grain. Comme dans le cas **NSK**, on a donc tendance à activer un plus grand nombre de modes de déformation qu'en traction simple ou large. Parmi les modes qui sont identifiés de manière univoque (102 modes), 80% sont du glissement pyramidal π_2 , 15% du glissement basal. On compte 4 fois le glissement pyramidal π_1 , une fois le glissement prismatique et une macle. Il reste 36 modes pour lesquels plusieurs solutions sont possibles : les systèmes de glissement sont cités un nombre à peu près identiques de fois.

Ces chiffres doivent cependant être pondérés au regard des deux remarques suivantes :

- Comme le montre le triangle standard de la figure VI.9, la zone analysée par EBSD est assez fortement texturée pour glisser suivant les systèmes pyramidaux π₂.
- Comme le montre la figure VI.8, les modes de déformation actifs sont très fortement dépendants de la taille de grains : les plus gros grains peuvent, à l'instar des grains du revêtement NSK, activer 3 voire 4 systèmes (grain BC de la figure VI.8), tandis que les plus petits grains n'activent qu'un seul système dans le volume (grain BD) avec parfois un autre système localisé aux joints de grains.

Aucune fissure de clivage n'est apparu dans les grains analysés par EBSD qui ont servi de population représentative pour cette analyse.



FIG. VI.6 – Identification des modes de déformation du zinc revêtement NSK en expansion équibiaxiale, $\varepsilon_{eq} = 5\%$



FIG. VI.7 – Triangle standard selon <u>ND</u> du zinc revêtement **NSK** en expansion équibiaxiale, $\varepsilon_{eq} = 5\%$. Le terme Equi. Tr. renvoie aux traces de glissement en forme de triangle équilatéral (voir figure VI.6). La partie hachurée représente la zone d'actvité du maclage



FIG. VI.8 – Identification des modes de déformation du zinc revêtement SKTT en expansion équibiaxiale, $\varepsilon_{eq} = 5\%$



direction: 001

FIG. VI.9 – *Triangle standard selon* <u>ND</u> *du zinc revêtement* **SKTT** *en expansion équibiaxiale,* $\varepsilon_{eq} = 5\%$. La flèche indique le sens d'évolution qui correspond à une diminution de la taille de grains

En conclusion sur les modes de déformation et d'endommagement

De nombreux essais expérimentaux ont permis de cerner les modes de déformation des différents revêtements étudiés :

- 3 revêtements sont concernés par cette analyse systématique : le revêtement à très gros grains type crêpes, NSK, le revêtement SK à microstructure plus fine grâce aux macles introduites par le skin-pass et le revêtement SKTT avec une taille de grains de l'ordre de 40µm.
- 3 types de sollicitations ont été réalisés pour couvrir un champ le plus large possible, ceci dans le but de mieux reproduire les sollicitations vues à l'emboutissage. Ces 3 sollicitations sont la traction simple, la traction large et l'expansion équibiaxiale.
- Une méthode d'identification des modes de déformation a été mise au point. Elle allie EBSD et microscopie.
 Elle a été appliquée aux revêtements NSK et SKTT pour chaque sollicitation.
- Une utilisation importante des calculs par éléments finis et un couplage aux observations expérimentales, nous a permis de comprendre et/ou d'avancer de nombreuses explications à des phénomènes inconnus tels que la formation des chevrons et des lentilles en traction simple.
- Tous ces essais nous ont permis de dégager les points suivants :
- Le comportement mécanique des revêtements étudiés est très différent de celui du zinc **massif**. Tandis que pour ce dernier, on retrouve les résultats classiques de la littérature où le glissement basal domine très nettement les autres modes de déformation, pour les revêtements à gros grains, les résultats obtenus sont tout à fait caractéristiques : au moins 3 modes de déformation par grain et ce dès le début de la plasticité, sousreprésentation du glissement basal, domination du glissement pyramidal π_2 , part importante du maclage, mécanismes de localisation nouveaux.
- Nous avons pu dégager des différences de comportement entre les différents revêtements : l'influence de la taille de grains a particulièrement été soulignée.
- Le caractère fortement anisotrope du comportement mécanique du zinc explique le comportement particulier des revêtements : c'est la réponse aux conditions aux limites imposées par le substrat.
- Des mécanismes expliquant deux nouvelles formes de localisations ont été avancés : tous deux sont dûs aux conditions aux limites particulières imposées par le substrat.

Sollicitation	Revêtement	Basal	Pyr. π_2	Maclage	Pyr. π_1	Prismatique	Triangle
			-	-	-	-	standard
Traction	NSK	15%	52%	26%	6%	1%	figure V.14
simple	SKTT	56%	44%				figure V.24
Traction	NSK	11%	50%	36% ³	2%	1%	figure VI.3
large	SKTT	30%	59%	8%	2%		figure VI.5
Expansion	NSK	9%	48%	38%	3%	2%	figure VI.7
équibiaxiale	SKTT	14%	81%	1%	3%	1%	figure VI.9

Le tableau VI.1 est un récapitulatif des modes de déformation².

TAB. VI.1 : *Récapitulatif des modes de déformation pour tous les revêtements et toutes les sollicitations testées*

 $^{^{2}}$ Ce tableau ne donne que les modes identifiés sans ambiguïté : il surestime donc un peu le maclage pour lequel on n'a jamais d'ambiguïté. Les lignes de glissement apparues au sein des macles ne sont pas comptabilisées puisqu'elles n'ont pas été systématiquement relevées. Enfin le cas **SK** est supposé identique au cas **NSK** à la cinétique de maclage près.

³Les chiffres du maclage, pour cet essai, sont donnés pour 10% de déformation équivalente tandis que ceux du glissement sont donnés pour 4% de déformation équivalente. Toutefois, entre 4 et 10%, le maclage représente 68% des nouveaux modes.

Chapitre -VII-

Endommagement du zinc revêtement

Les sollicitations mécaniques auxquelles on s'intéresse dans ce chapitre sont des sollicitations biaxiales (traction large, expansion équibiaxiale). Comme on vient de le voir, ces essais mécaniques s'accompagnent des premières manifestations de l'endommagement au sein des grains de zinc formant les revêtements étudiés.

On caractérise ainsi l'endommagement des revêtements de zinc. Après l'avoir identifié, on étudie l'influence de divers paramètres sur sa manifestation. Parmi les paramètres dont l'influence est majeure, on peut citer la finesse de la microstructure des revêtements ainsi que la présence d'une couche d'oxyde en surface. Cette analyse est étayée par des informations quantitatives obtenues par analyse d'images. Toutes ces analyses nous ont permis de hiérarchiser les revêtements quant à leur comportement face à l'endommagement : des améliorations simples sur le revêtement industriel peuvent augmenter sa résistance à l'endommagement par un facteur trois.

VII.1 Apparition de l'endommagement

Avec le début de la biaxialité, ce qui correspond à la traction large dans notre cas, apparaît l'endommagement sous forme de fissures de clivage. Totalement absente en traction simple, on compte déjà un certain nombre de fissures de clivage dès les 5 premiers pourcents de déformation en traction large.

On identifie l'endommagement aux fissures de clivage puisque comme le montre la figure VII.1, l'interface composée d'intermétalliques Fe_2Al_5 peut être mise à nue.

La figure VII.2 recense les grains qui clivent lors d'un essai de traction large, sur un échantillon **NSK** après 10% de déformation équivalente. Comme on peut le constater, on observe une relative anisotropie de l'endommagement avec une concentration de grains clivés qui ont un axe <u>c</u> à 30° de la direction de traction. Les figures de pôle de la texture du revêtement **NSK** (figure III.27, page 82) montrent qu'une telle anisotropie est logique. Comme l'on sait que l'on est à déformations imposées, on peut également regarder quelles sont les contraintes normales au plan basal, l'unique plan de clivage du zinc. Sur la figure VII.3, on a repéré 4 orientations représentatives d'une éventuelle anisotropie. Le calcul des contraintes, pour un essai de traction large, montre que la contrainte normale σ_n varie de 50MPa en (a) à 45 MPa en (d) en passant par un maximum de 62MPa en (b), avec $\sigma_n = sin^2(\Phi) \left[\sigma_{11}sin^2(\phi_1) + \sigma_{22}cos^2(\phi_1)\right]$ et (ϕ_1, Φ, ϕ_2) les angles d'Euler du grain considéré (l'orientation (b) donne, pour une sollicitation de traction simple, une contrainte normale au plan de clivage de 23MPa).

On a donc deux origines complémentaires de cette anisotropie d'endommagement en traction large : la texture et la contrainte normale plus importante lorsque l'axe sénaire est confondu avec un axe à 30 ° de la direction de traction. Bien entendu, l'axe <u>c</u> doit être couché dans le plan de la tôle (i.e. Φ proche de 90 °). En pratique, seules les orientations dont l'angle $\Phi \in [60; 120]^\circ$ sont concernées par le clivage.

VII.2 Evolution de l'endommagement et du maclage – Analyse qualitative

Les figures VII.4 à VII.7 montrent quelles sont les différentes configurations d'endommagement sous forme de fissures de clivage dans le revêtement NSK¹. Ce qui est d'abord flagrant et ce quel que soit le niveau de déformation atteint, c'est l'existence de réseaux de macles et de fissures. La figure VII.5 (a) est certainement la micrographie qui illustre le mieux ce phénomène avec, dans le grain blanc, des réseaux de macles (bleues) et de fissures (blanches), et dans les autres grains de cette figure, des réseaux de macles. Les premières fissures apparaîssent dans certains grains dès les premiers pourcents de déformation; ces fissures traversent presque entièrement le grain considéré. On constate, d'ores et déjà pour ces fissures, des interactions très fortes avec le maclage : première interaction possible : le grain initial n'est pas idéalement orienté pour cliver; ses macles, qui ont donc un axe c à 90 ° de celui du cristal mère, sont quant à elles parfaitement orientées pour cliver. C'est ce que l'on observe sur les figures VII.4 (b), VII.5 (b), VII.6 (a) et VII.7 (a). En règle générale, ces fissures de clivage sont moins longues que celles apparues dans l'orientation matricielle des grains. Réciproquement, les joints de macles constituent des joints de forte désorientation qui peuvent arrêter la progression d'une fissure de clivage. La figure VII.4 (b) montre que les fissures peuvent germer à l'intersection de deux systèmes de maclage; ce n'est pourtant pas systématique comme le montre par exemple la figure VII.4 (a) où il semble que la fissure naît ex nihilo et progresse en émettant des macles, symétriques par rapport à la fissure, qui relaxent les contraintes en tête de fissure. Ce mécanisme n'est pas sans rappeler celui proposé par Bilby et Bullough [Bilby and Bullough, 1953] dans la partie II.1.3. Il en constitue en fait une parfaite illustration. La figure VII.7 (b) montre cet effet particulièrement développé : le grain bleu possède un grand nombre de fissures qui en avançant émettent de très nombreuses macles qui envahissent presque entièrement le grain. Cependant, comme le montrent les figures VII.6 (b) et VII.7 (a), les réseaux de macles peuvent être indépendants des réseaux de fissures et remplir presque entièrement le grain considéré. On peut voir malgré tout de petites fissures dans le sens transversal des macles de la figure VII.7 (a).

A de forts taux de déformation, la microstructure devient chaotique. On peut naturellement se poser la question de ce que deviennent ces fissures lorsqu'on raffine la microstructure avec le *skin–pass*. La figure VII.8 montre ce qui se passe alors au sein du revêtement après une déformation imposée assez importante. Les macles introduites par le *skin–pass* vont avoir plusieurs effets : introduire des joints de désorientation antérieurs à l'apparition des macles : ces joints vont être autant de barrières à la progression des macles (figure VII.8 cas (1)), ces macles vont faire germer de nouveaux petits grains qui seront à leur tour des barrières (figure VII.8 cas (2)), le même

¹Ces micrographies ont été obtenues après polissage électrolytique dans un bain de composition : 300ml de GH_5OH (éthanol), 500ml de H_3PO_3



FIG. VII.1 – Mise à nu de l'interface par formation d'une fissure de clivage



FIG. VII.2 – Grains qui clivent, revêtement NSK en traction large, après 10% de déformation équivalente



FIG. VII.3 – Orientations types des différents comportements en clivage lors d'un essai de traction large



 $\epsilon_{eq} = 5,3\%$



(b)



FIG. VII.4 – Essais d'expansion équibiaxiée sur tôle NSK. Observation en lumière polarisée



 $\varepsilon_{eq} = 11,3\%$



(b)

 $\varepsilon_{eq} = 15,3\%$

FIG. VII.5 – Essais d'expansion équibiaxiée sur tôle NSK. Observation en lumière polarisée



 $\varepsilon_{eq} = 15,3\%$



 $\varepsilon_{eq} = 29\%$

FIG. VII.6 – Essais d'expansion équibiaxiée sur tôle NSK. Observation en lumière polarisée



 $\epsilon_{11}=29\%$



(b)

 $\epsilon_{11}=29\%$

FIG. VII.7 – Essais d'expansion équibiaxiée sur tôle NSK. Observation en lumière polarisée

phénomène d'émoussement de fissures par émission de macles pourra avoir lieu (figure VII.8 cas (3)). Enfin la rugosité induite par le *skin–pass* pourra elle aussi être une barrière naturelle à la progression des fissures de clivage germées au sein des grains du revêtement **SK** (par les sauts de contraintes qu'implique cette rugosité).

Enfin un autre raffinement de la microstructure que l'on connaît sous la forme du revêtement à petits grains **SKTT** va lui aussi introduire des barrières à la progression des fissures de clivage par rapport au cas **NSK**. En plus des cas qui viennent d'être passés en revue pour le cas **SK**, la faible taille des grains va permettre une rotation matérielle de ces grains, soit une meilleure accommodation de la déformation et donc, a priori, une densité de fissures de clivage plus faible. La figure VII.9 où l'on voit une des rares fissures de clivage apparue lors d'un essai d'expansion équibiaxiale illustre ce propos. De plus, on sait que ce revêtement ne macle presque pas, même en expansion équibiaxiale, ce qui ne favorise pas la germination de fissures.



FIG. VII.8 – Essais d'expansion équibiaxiée sur tôle SK. $\varepsilon_{eq} = 27\%$. (1) fissure arrêtée sur un ancien joint de grains; (2) fissure arrêtée sur un nouveau joint de grains et des macles antérieures à la fissure; (3) fissure émoussée par émission de macles en tête de fissure. Observation en lumière polarisée



FIG. VII.9 – Essais d'expansion équibiaxiée sur tôle SKTT. Observation en lumière polarisée

VII.3 Quantification de l'endommagement

Nous venons de voir que les trois revêtements étudiés se comportent différemment vis-à-vis de l'endommagement. On va donc chercher à les discriminer par une procédure d'analyse d'images qui compte les fissures de clivage apparues au sein des revêtements. Cette procédure est détaillée dans la partie III.1.1c).

Les résultats fournis dans les figures qui suivent sont issus de l'analyse de $1cm^2$ de revêtement.



FIG. VII.10 – Nombre de fissures et longueur cumulée de celles-ci fonction de la déformation par cm² de surface de revêtement **NSK**. EE = Expansion Equibiaxiale. TL = Traction Large



FIG. VII.11 – Nombre de fissures et longueur cumulée de celles-ci fonction de la déformation par cm² de surface de revêtement **SK**. EE = Expansion Equibiaxiale. TL = Traction large



FIG. VII.12 – Nombre de fissures et longueur cumulée de celles-ci fonction de la déformation par cm² de surface de revêtement **SKTT**. EE = Expansion Equibiaxiale. TL = Traction large

VII.3. QUANTIFICATION DE L'ENDOMMAGEMENT

Sur les figures VII.10, VII.11 et VII.12, on peut voir le nombre de fissures de clivage et leur longueur cumulée en fonction du taux de déformation équivalent atteint respectivement pour les revêtements **NSK**, **SK** et **SKTT**. On constate tout d'abord que l'on a des fissures de longueur relativement constante : les courbes nombre de fissures et longueur cumulée des fissures sont quasiment parallèles pour les trois revêtements étudiés. On constate ensuite que l'endommagement est plus sévère en expansion équibiaxiale qu'en traction large : les valeurs atteintes par les contraintes normales au plan basal, à niveau de déformation équivalente égal, sont plus importantes en expansion équibiaxiale qu'en traction large. On a également un nombre de systèmes actifs plus important en expansion équibiaxiale qu'en traction large. On peut, à ce propos, d'ores et déjà s'interroger quant à la validité du critère de clivage introduit par Stroh et rapporté dans la partie II.1.3a) de ce manuscrit. En effet, ce critère fait l'hypothèse, majeure, suivante : le plan de glissement et le plan de clivage sont confondus en un seul plan, le plan basal. Cette hypothèse qui se justifie sur un monocristal de zinc avec des conditions aux limites classiques, ne peut s'étendre telle que à notre cas puisque l'on a vu que les déformations imposées par le substrat engendraient l'activation en majorité de systèmes non–basals, le glissement pyramidal π_2 surtout.

Enfin en troisième lieu, on constate d'après les figures VII.10, VII.11 et VII.12, que plus la microstructure se raffine, moins l'endommagement est important : les grains très grands et sans barrières antérieures aux fissures de clivage du revêtement **NSK** sont ceux qui s'endommagent le plus. L'introduction des macles et de la rugosité par le *skin–pass* d'une part et la diminution de la taille de grains par un traitement thermique idoine, d'autre part, permettent de diviser l'endommagement par 10 entre le revêtement **NSK** et le revêtement **SKTT**. L'apport de la diminution de la taille de grains, par rapport au *skin–pass*, étant une meilleure accommodation des déformations par la rotation matérielle des grains ainsi que, comme on l'a vu, par la possibilité aux gradients de déformation de se développer dans l'épaisseur du revêtement.

Les figures VII.13, VII.14 et VII.15 donnent le nombre de fissures de clivage et leur longueur moyenne, pour un taux de déformation donné, fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale, pour le revêtement **NSK** testé en traction large. On constate à nouveau une anisotropie de l'endommagement. Dans la partie VI.1 où nous avions déjà constaté une telle anisotropie, nous avancions deux raisons possibles : une première serait tout simplement l'effet de la texture et une seconde serait due à l'état de contraintes dû aux déformations imposées par le substrat. La figure VII.16 nous permet d'éliminer la première explication. En effet on constate que la densité de plans basals fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale, ne suit pas les courbes mesurées pour le nombre de fissures de clivage. Les valeurs qui sont rapportées dans la figure VII.16, ne concernent que les plans basals suffisamment "normaux" à la tôle, c'est-à-dire des plans basals pour lesquels l'axe <u>c</u> est inclus à plus ou moins 30 ° dans le plan de la tôle. Ce choix de frontière correspond aux observations expérimentales faites en expansion équibiaxiale, dans la partie VI.2 de ce chapitre où nous avions vu que seuls ces grains suffisamment bien orientés clivaient.



FIG. VII.13 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **NSK**. Traction Large, $\varepsilon_{eq} = 5\%$



FIG. VII.14 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **NSK**. Traction Large, $\varepsilon_{eq} = 10,4\%$


FIG. VII.15 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **NSK**. Traction large, $\varepsilon_{eq} = 15,4\%$



FIG. VII.16 – Densité des plans basals fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction). Revêtement **NSK**

Il en va de même pour le revêtement **SK** pour lequel l'anisotropie d'endommagement est encore plus flagrante (figure VII.17, VII.18 et VII.19) et pour lequel la figure VII.20 montre qu'il n'existe aucune corrélation entre cette anisotropie et la distribution des plans basals par rapport à l'axe horizontal. On confirme donc que cette anisotropie est entièrement due aux déformations imposées par le substrat sur les monocristaux de zinc dont l'anisotropie élastique puis plastique assure cette répartition angulaire des fissures de clivage en traction large. Enfin, on retrouve un résultat identique pour le revêtement **SKTT** (figures VII.21, VII.22 et VII.23).



FIG. VII.17 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **SK**. Traction large, $\varepsilon_{eq} = 5,4\%$



FIG. VII.18 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **SK**. Traction large, $\varepsilon_{eq} = 9,7\%$



FIG. VII.19 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **SK**. Traction large $\varepsilon_{eq} = 15\%$



FIG. VII.20 – Densité des plans basals fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction). Revêtement **SK**



FIG. VII.21 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **SKTT**. Traction large $\varepsilon_{eq} = 5\%$



FIG. VII.22 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **SKTT**. Traction large $\varepsilon_{eq} = 10,7\%$

VII.4 Influence d'une couche d'oxyde sur l'endommagement

Nous avons remarqué que les échantillons qui sont polis dans un premier temps puis déformés par expansion équibiaxiée présentent nettement moins de fissures de clivage, dans leur partie polie, que les échantillons qui sont déformés dans un premier temps puis polis après essai. Entre les deux, la couche d'oxyde, présente presque naturellement sur le zinc, semble jouer un rôle important. Nous allons nous intéresser à son influence.

a) Aspect qualitatif de cette influence

Prenons une éprouvette d'expansion équibiaxiée de matériau **NSK** et polissons simplement une partie de cette éprouvette avant de la solliciter dans la presse Erichsen. On s'assure que l'on pourra trouver, après essai, une zone symétrique à celle que l'on vient de polir. Après une déformation équivalente $\varepsilon_{eq} = 10\%$, on polit cette zone symétrique. La comparaison de ces deux zones nous permet de vérifier que la couche d'oxyde du zinc a une influence très forte sur l'endommagement. Sur la figure VII.24 le polissage a été effectué après essai : les grains marqués d'une croix rouge sont clivés. La figure VII.25 est la suite de la figure VII.24, les grains marqués d'une croix rouge présentent aussi des fissures de clivage. La partie polie avant essai se trouve sur la figure VII.26 : aucune fissure de clivage n'est apparue dans cette zone.

Nous allons à présent quantifier ce phénomène grâce au module d'analyse d'images déjà utilisé pour quantifier l'endommagement en présence d'une couche d'oxyde.

b) Aspect quantitatif

Sur chaque type de revêtement (**NSK**, **SK** et **SKTT**), trois essais d'expansion équibiaxiée ont été réalisés, à des taux de déformation équivalente de 5, 10 et 15%. Les zones analysées sont polies avant essai ; de cette manière on ôte la couche d'oxyde de zinc. La figure VII.27 montre les résultats de l'analyse d'images qui décompte des fissures de clivage sur ces échantillons. On constate que l'on conserve une hiérarchie de résistance à l'endommagement identique à celle trouvée pour les essais avec couche d'oxyde : le revêtement qui offre la meilleure résistance à l'endommagement est le revêtement **SKTT**, devant le revêtement <u>S</u>K, devant le revêtement **NSK**. On retrouve donc le même effet de raffinement de la microstructure. Si on compare la figure VII.27 avec les figures VII.10, VII.11 et VII.12, on constate par contre qu'en l'absence d'une couche d'oxyde, l'endommagement est divisé, à taux de déformation égal, par un facteur légèrement inférieur à 10 pour les revêtements **NSK** et **SKTT** et par un facteur légèrement supérieur à 5 pour le revêtement **SKTT**.



FIG. VII.23 – Nombre de fissures et longueur moyenne de celles-ci fonction de l'angle θ formé avec l'horizontale (axe de traction), par cm² de surface de revêtement **SKTT**. Traction large $\varepsilon_{eq} = 16,9\%$



FIG. VII.24 – Zone de polissage postérieure à l'emboutissage : les fissures de clivage (dans les grains repérés par une croix rouge) sont apparues en présence de la couche d'oxyde



FIG. VII.25 – Zone de polissage postérieure à l'emboutissage : les fissures de clivage (dans les grains repérés par une croix rouge) sont apparues en présence de la couche d'oxyde – suite de la figure VII.24



FIG. VII.26 – Zone de polissage antérieure à l'emboutissage : aucune fissure de clivage apparue lors de l'emboutissage – suite de la figure VII.25



FIG. VII.27 – Nombre de fissures et longueur cumulée de celles-ci fonction de la déformation par cm² de surface de revêtement. Les essais sur les trois revêtements **NSK**, **SK** et **SKTT** sont réalisés après avoir ôté la couche d'oxyde de zinc

En conclusion sur les modes de déformation et d'endommagement

L'endommagement des revêtements de zinc apparaît, sous forme de fissures de clivage, avec la biaxialité des sollicitations :

- Une utilisation intensive de l'analyse d'images nous a permis de quantifier l'endommagement dont on avait, par ailleurs, fait une observation fine des modes et de leurs interactions avec le maclage. Nous avons pu mettre en évidence l'importance de la microstructure sur l'endommagement des revêtements, ainsi que l'influence de la présence d'une couche d'oxyde sur les revêtements.
- L'influence de la microstructure a été caractérisée : un raffinement de la microstructure a permis de diminuer l'endommagement par 10 entre le revêtement à gros grains NSK et le revêtement à petits grains SKTT. De même, le fait d'ôter la couche d'oxyde de zinc permet de gagner encore un facteur équivalent pour la résistance des revêtements étudiés vis-à-vis de l'endommagement.
- L'anisotropie d'endommagement a également été soulignée : elle n'est pas uniquement due à la texture des revêtements mais à l'anisotropie intrinsèque des grains de zinc.

Chapitre -VIII-

Modélisation et discussion

Dans ce chapitre, on compare deux modélisations du comportement mécanique des revêtements de zinc : l'approche multicristalline et un modèle simplifié de type Taylor.

Après avoir dégagé l'ensemble des informations que peut nous fournir le modèle simplifié et ce sur les microstructures pour lesquelles ce modèle peut s'appliquer, on revient sur l'approche multicristalline, ses avantages et ses perspectives. On montre en particulier que ce modèle peut s'appliquer sur un plus grand nombre de microstructures puisqu'il permet de prendre en compte les joints de grains, les macles (sous forme lenticulaires) et à plus long terme, les fissures de clivage apparues lors des essais biaxiaux. Les perspectives d'interaction entre macles et fissures sont également abordées.

Comme on l'a déjà vu dans les chapitres précédents, ce type d'approche requiert une description fine du comportement mécanique du monocristal de zinc. En particulier les termes d'écrouissage sont difficiles à identifier. La pénultième partie de ce chapitre traite de l'élaboration d'un critère de clivage des grains de zinc formant les revêtements de l'étude.

Enfin, dans une dernière partie, nous discutons les faits saillants de ce travail

VIII.1 De la modélisation multicristalline au modèle simplifié

Tout au long du chapitre précédent, nous avons vu que le comportement mécanique du zinc revêtement **NSK** était entièrement dicté par les déformations que lui imposent le substrat (on fait une hypothèse identique pour le comportement mécanique du revêtement **SK**). Comme de plus, il semble intéressant de chercher une alternative au calcul multicristallin, coûteux, nous allons voir ce que donne un modèle de type Taylor relâché, où l'on impose certaines déformations et certaines contraintes, appliqué aux monocristaux individuels de zinc qui forment le revêtement.

La méthode est donc fort simple : appliquer les sollicitations souhaitées au substrat (quelques secondes de temps CPU), reporter les déformations obtenues comme conditions aux limites sur le monocristal de zinc considéré (caractérisé par son triplet d'angles d'Euler). On dépouille alors l'activité des différents systèmes actifs.

Cette méthode a été appliquée à un très grand nombre de grains de zinc des revêtements **NSK** qui nous ont servi pour l'identification des modes de déformation de ce matériau, en traction simple, en traction large et en expansion équibiaxiale.

VIII.1.1 Modélisation type Taylor du comportement mécanique du revêtement NSK : comparaison avec les triangles standards expérimentaux

Le modèle de Taylor relâché tel que nous l'avons utilisé suppose qu'au sein du polycristal, pour chaque grain, certaines faces sont contraintes de se déformer suivant une vitesse de déformation imposée qui est celle du polycristal; les autres faces sont libres de force :

$$\forall grains \in polycristal, \begin{cases} \dot{\varepsilon}_{11}^{g^{f}} = \dot{E}_{11}^{t} \\ \dot{\varepsilon}_{22}^{g^{f}} = \dot{E}_{22}^{t} \\ \forall i \in [1;3], \sigma_{i3}^{g} = 0 \\ \sigma_{12}^{g} = 0 \end{cases}$$
(VIII.1)

a) Cas de la traction simple

Nous allons simuler, avec ce modèle simplifié, le comportement de plusieurs grains qui ont des comportements caractéristiques, repérés dans le triangle standard obtenu expérimentalement d'après la figure VIII.1. Prenons par exemple le grain O qui présente des chevrons dûs à l'intersection de deux systèmes de glissement pyramidaux π_2 symétriques par rapport à l'axe sénaire. Ses angles d'Euler (160,8, 5,1, 218,8) rentrés dans ce modèle donnent les bons systèmes pyramidaux π_2 actifs (KF { $\overline{2112}$ } et HF { $2\overline{112}$ }) ainsi que les bons systèmes de maclage (ZQ {1102} et ZT {1102}) (figure VIII.2). Cette notation des systèmes de glissement et du maclage est présentée dans l'annexe A-III.3. γ_i représente l'activité des systèmes de déformation. Par contre expérimentalement, on n'observe ni glissement prismatique, ni glissement basal. On retrouve donc, dans de bonnes proportions, les résultats de l'analyse expérimentale de la figure V.6. De même avec les grains D (27,1, 22,9, 308,4) et AB (191,8, 40,5, 155,3), on retrouve sur les figures VIII.3 et VIII.4, les résultats expérimentaux respectivement des figures V.3 (a) et V.3 (b). Dans le cas du grain D, on retrouve les bons systèmes de glissement pyramidaux π_2 (HF {2112} et LG {1122}) ainsi que le bon système de maclage (ZT $\{1\overline{102}\}$). A nouveau on active un peu de glissement prismatique (dix fois moins que le glissement π_2 toutefois), ce qui, expérimentalement, ne s'observe pas. Dans le cas du grain AB, lequel est normalement parfaitement orienté pour glisser suivant le glissement basal, on retrouve à peu près les résultats expérimentaux qui apparaissent surprenants au regard de ce que nous enseigne la bibliographie : glissement pyramidal π_2 et glissement pyramidal π_1 . Par contre on active le glissement pyramidal π_2 KF { $\overline{2}112$ } au lieu de LG {1122} que l'on observe expérimentalement.

On a cependant dû modifier un peu le rapport $\tau_{0c}^{bas}/\tau_{0c}^{\pi_2}$ (par rapport aux données issues de la bibliographie) et l'abaisser à 1/5, ainsi que tenir compte du glissement pyramidal π_1 avec un rapport $\tau_{0c}^{bas}/\tau_{0c}^{\pi_1}$ de 1/11, pour obtenir ces résultats. Ces modélisations rapides constituent un élément important de validation de la loi de comportement utilisée.

b) Les autres cas

De même qu'en traction simple, ce modèle de Taylor donne de bons résultats en ce qui concerne les essais biaxiaux. On retrouve très convenablement les triangles standards obtenus expérimentalement en traction large et en expansion équibiaxiale et ce avec le même jeu de coefficients qu'en traction simple.



direction: 100

FIG. VIII.1 – Triangle standard expérimental du zinc revêtement **NSK** en traction simple

A titre d'exemple, le grain E de la figure VI.6, de la partie *Cas de l'expansion équibiaxiale – Endommagement : Revêtement non skin–passé*, **NSK** (VI.2.1), est traité avec ce modèle. Les résultats sont rapportés dans la figure VIII.5 : on retrouve une activité pyramidale π_2 très importante avec les 3 bons systèmes actifs, systèmes qui forment, sur la surface du grain E, un triangle presque équilatéral (ME {1212}, HF {2112}, LG {1122}). Par contre, là encore, l'activité du glissement basal ne se vérifie pas expérimentalement. On traduit également, avec ce modèle, la plus grande activité du maclage en expansion équibiaxiale qu'en traction simple. On a par contre tendance à activer trop de systèmes de maclage, avec ce type de modèle, par rapport à ce que donne l'expérience. La phase de croissance des macles peut se modéliser correctement par une loi de Schmid, la phase de germination, quant à elle, n'est absolument pas prise en compte. Ceci explique peut–être ces grandes différences : les systèmes de maclage qui "partent" à cause de concentrations de contraintes importantes relaxent les contraintes et ne favorisent pas la germination des autres systèmes de maclage.

VIII.1.2 Modélisation du comportement mécanique des autres revêtements et du zinc massif

En ce qui concerne les autres matériaux, ce type de modélisation ne fonctionne pas . En particulier, les réserves que l'on vient d'émettre quant à la perspicacité d'un tel modèle pour décrire le maclage, doivent s'appliquer avec plus d'insistance encore au cas du revêtement *skin–passé*.

Pour ce qui est du revêtement à petits grains **SKTT** et du zinc **massif**, ce type de modèle à déformation imposée ne fonctionne pas du tout ; pour le zinc massif, un modèle à contraintes imposées (qui active, en règle générale le basal seulement), semble bien mieux décrire le comportement individuel des grains analysés dans le chapitre IV. Pour le revêtement **SKTT**, comme nous l'avons déjà vu, l'effet taille de grains est très important : plus les grains sont étalés dans le plan de la tôle, plus leur comportement se rapproche de celui des grains "crêpes" du revêtement **NSK**, plus les grains sont petits, plus leur comportement (en surface), se rapproche du cas zinc **massif**.

VIII.2 Apports supplémentaires de la modélisation multicristalline

On peut raisonnablement se demander où se trouve l'intérêt de réaliser des modélisations multicristallines (plusieurs jours de temps de calcul) prenant en compte la microstructure des tôles étudiées quand des modélisations très simples de type Taylor permettent de rendre compte de manière satisfaisante des modes de déformation actifs. Les trois parties qui suivent constituent une revue non exhaustive des avantages de la modélisation multicristalline.

VIII.2.1 Champs locaux, joints de grains, taille des grains

L'effet de structure et de microstructure présent dans la modélisation multicristalline du revêtement **NSK**, nous a permis de constater que les gradients de déformation et de contraintes, s'ils pouvaient être importants dans



FIG. VIII.2 – *Résultats de la modélisation type Taylor du grain O de la partie V.2.1 qui rapporte l'analyse des modes de déformation en traction simple du cas* **NSK**. γ_i *représente l'activité des systèmes : (a) l'ensemble des systèmes, (b) systèmes pyramidaux* π_2 , *(c) systèmes de maclage*



FIG. VIII.3 – Résultats de la modélisation type Taylor du grain D de la partie V.2.1 qui rapporte l'analyse des modes de déformation en traction simple du cas **NSK**. γ_i représente l'activité des systèmes : (a) l'ensemble des systèmes, (b) systèmes pyramidaux π_2



FIG. VIII.4 – *Résultats de la modélisation type Taylor du grain AB de la partie V.2.1 qui rapporte l'analyse des modes de déformation en traction simple du cas* **NSK**. γ_i *représente l'activité des systèmes : (a) l'ensemble des systèmes, (b) systèmes pyramidaux* π_2 , *(c) systèmes pyramidaux* π_1



FIG. VIII.5 – *Résultats de la modélisation type Taylor du grain E de la partie VI.2.1 qui rapporte l'analyse des modes de déformation en expansion équibiaxiale du cas* **NSK**. γ_i *représente l'activité des systèmes : (a) l'ensemble des systèmes, (b) systèmes pyramidaux* π_2

le plan (RD, TD), étaient fort limités dans l'épaisseur du revêtement. Cette information très importante sur les champs locaux, qui justifie et légitimise un recours important à la modélisation de type Taylor (que dès lors on suppose être vraie dans le volume du grain) constitue déjà à elle seule un apport essentiel. L'étude des champs locaux nous a également permis de voir que les concentrations de contraintes aux joints des grains de zinc étaient en accord avec les ruptures intergranulaires observées expérimentalement. La faible influence mécanique de ces joints (au sens où les déformations sont imposées par l'interface avec le substrat) permet également de valider encore un peu plus l'approche de type Taylor développée dans le sillage de ces observations.

Ces remarques sont d'autant plus vraies que l'on a vu que l'influence de la microstructure pouvait les rendre caduques : un maillage avec une taille des grains de zinc de l'ordre de $40\mu m$, comme c'est le cas pour le revêtement **SKTT**, développe des gradients importants dans l'épaisseur du revêtement. On n'a plus un comportement homogène dans le volume des grains de zinc, loin s'en faut. Ce phénomène est parfaitement illustré par le gradient de la contrainte σ_{22} (dans le sens travers à la direction de laminage qui est aussi la direction de traction) du calcul effectué avec un revêtement type **SKTT** (figure V.38) : au delà de l'interface, les gradients qui se développent dans l'épaisseur du revêtement sont tels qu'à la surface libre nous sommes bien dans un état de contraintes unixial. Là encore l'apport des modélisations multicristallines est manifeste.

Enfin les perspectives offertes par la modélisation multicristalline sont importantes, notamment en terme de maclage et de clivage. Comme nous l'avons vu, ces deux phénomènes influencent très fortement le comportement mécanique des revêtements en question au travers de la modification de leur microstructure. Or la modélisation multicristalline peut permettre de modéliser "physiquement" (i.e. en tant qu'entité lenticulaire pour le maclage par exemple) le maclage et le clivage. De plus on a pu voir que les interactions entre ces deux phénomènes étaient nombreuses et complexes : seule une description physique et réelle du maclage et du clivage offre de telles perspectives. Dans la partie qui suit, on aborde la modélisation du maclage – et donc l'apparition d'une macle – au sein d'un monocristal de zinc.

VIII.2.2 Modélisation du maclage et apparition d'une macle au sein d'un monocristal

Ce travail réalisé par S. Forest et R. Parisot [Forest et al., 2001], tente de modéliser l'apparition d'une macle au sein d'un monocristal, associée à la rotation de réseau qui en découle. Plusieurs applications sont faites sur des monocristaux de zinc massif et sur du zinc revêtement. On distinguera donc cette approche de celles développées par Kalidindi [Kalidindi, 1998] et Staroselsky et Anand [Staroselsky and Anand, 1998] qui modélisent, au niveau macroscopique, la fraction volumique de macles apparues au sein d'un polycristal.

a) Modèle de maclage

Cette modélisation est réalisée dans le cadre de l'élasto-plasticité en transformations finies. Dans le cas de la plasticité du monocristal, la rotation de réseau est donnée par la cinématique du glissement cristallographique. On se place dans le cadre défini par Mandel [Mandel, 1973] : il définit une configuration dite "isocline" pour laquelle l'orientation du monocristal considéré est identique à celle de la configuration de référence. Cela permet de décomposer le gradient de la transformation F_{\sim} en une partie élastique et une partie plastique comme cela est montré sur la figure VIII.6 (a) :

$$F_{\sim} = E_{\sim} P, \qquad \dot{P}_{\sim} P^{-1} = \sum_{s=1}^{N} \dot{\gamma}^{s} \underline{m}^{s} \otimes \underline{n}^{s}$$
(VIII.2)

où \underline{E} est la partie élastique de \underline{F} et \underline{P} , sa partie plastique; $\underline{m}^s, \underline{n}^s$ représentent respectivement la direction de glissement et la normale au plan de glissement du système s. $\dot{\gamma}^s$ est la vitesse de cisaillement du système de glissement s. On compte N systèmes de glissement.

En conséquence, il n'y a pas de rotation de réseau entre la configuration de référence et la configuration intermédiaire dite relâchée tandis que les lignes matérielles, quant à elles, tournent selon le tenseur de rotation associé à la décomposition polaire de \underline{P} . Le maclage est un cas particulier du cisaillement de la figure VIII.6 (b), où la partie cisaillée possède une structure cristallographique identique au cristal mère, mais orientée différemment : cela ne se produit que pour des taux de cisaillements bien définis. Ce cisaillement est de $\gamma_0 = 0, 139$ dans le cas du zinc.

Le maclage est considéré comme du glissement cristallographique, instable, dont la configuration isocline est réorientée (rotation de 180° autour de $< 10\overline{11} >$ pour le zinc) dès que le taux de cisaillement atteint $\gamma = \gamma_0$ (figure VIII.7). La vitesse de cisaillement est donnée par :

$$\dot{\gamma} = <\frac{\tau - \tau_c}{K} >^n, \quad \tau_c = \tau_0 + Q(1 - e^{-b(\gamma - \gamma E(\gamma/\gamma_0))})$$
(VIII.3)



FIG. VIII.6 – *Cinématique de la plasticité cristalline basée sur le glissement cristallographique (a); exemple de plasticité cristalline matérielle : cisaillement homogène d'un réseau (b)*



FIG. VIII.7 – Cinématique de la déformation par maclage

où τ est la cission résolue sur le plan de maclage. De façon à avoir un processus instable (i.e. on introduit un terme d'adoucissement), le paramètre d'écrouissage Q est pris négatif. Le fonction E(.), partie entière, permet de retrouver, localement, le seuil initial τ_0 lorsque la rotation de réseau a eu lieu. Notons que contrairement à la loi de Schmid classique, ici c'est la valeur algébrique de $(\tau - \tau_c)$ qui intervient dans la loi d'écoulement puisque le maclage ne peut avoir lieu que dans un sens (qui correspond, dans le zinc, à une compression suivant l'axe c).

b) Maclage et "démaclage" en traction-compression

Les paramètres de la loi d'adoucissement ont été identifiés sur la courbe A-II.1 de la page 228 issue des travaux de Price [Price, 1960]. Sur cette courbe, l'adoucissement associé à la germination de la macle est manifeste et justifie le modèle retenu.

Un défaut géométrique est introduit dans le maillage de la figure VIII.9 de façon à forcer la germination de la macle associée à la localisation de la déformation engendrée par ce défaut. Dès que le cisaillement atteint la valeur du cisaillement de maclage γ_0 , la macle croît par la progression du front de localisation. La macle épaissit alors jusqu'à envahir toute la zone utile de l'éprouvette en traction (figure VIII.9 (a)). On peut annuler entièrement le maclage en réalisant une compression consécutive à la traction. La courbe résultante possède une hystérèse comme le montre la figure VIII.8.

c) Interaction macle/fissure dans le zinc

Nous avons vu – tant du point de vue bibliographique (page 42) que du point de vue expérimental (page 170 à page 173, du chapitre précédent) – que les fissures de clivage présentes dans le zinc pouvaient être à l'origine de macles dont les émissions relaxent les contraintes en pointe de fissure. Nous allons à présent tenter de modéliser



FIG. VIII.8 – Courbe charge/décharge du maclage/démaclage d'un monocristal de zinc en traction-compression

ce type de phénomène. Pour ce faire, on considère une fissure de clivage avec le maillage de la figure VIII.10. L'orientation du monocristal de zinc qui compose cette éprouvette est telle que l'axe <u>c</u> est normal à la fissure et la direction de propagation de la fissure est confondue avec $[01\overline{10}]$. On rappelle que la cission résolue sur le plan de maclage et le long de la direction de maclage doit être positive strictement pour pouvoir activer le maclage. Comme le montre la figure VIII.10 (a), la cission critique résolue est positive strictement en arrière de la fissure, ce qui a pour effet d'activer le maclage dans la même zone (figure VIII.10 (b)). On retrouve bien les configurations expérimentales rencontrées sur les figures VII.4 à VII.7.

d) Maclage dans un revêtement de zinc

Enfin le dernier exemple d'utilisation de ce modèle se penche sur la germination puis la propagation de deux systèmes de maclage ($[0\overline{1}1\overline{1}], (0\overline{1}12)$ et $[01\overline{11}], (01\overline{12})$) dans un revêtement de zinc déposé sur un substrat ferritique. L'orientation du zinc est telle que l'axe <u>c</u> est normal à l'interface et la direction $[01\overline{10}]$ est parallèle à l'interface (en coupe, tel que sur la figure VIII.11). Ainsi, les directions de maclage sont incluses dans le plan du problème 2D. On applique une sollicitation de traction parallèle à l'interface.

La figure VIII.11 montre qu'une première macle se forme puis vient buter sur l'interface, ce qui engendre la germination d'une autre macle. Une autre paire de macles germe indépendemment, dans le bas de l'échantillon. On assiste alors à l'intersection de deux macles (soit deux rotations de réseau consécutives). Comme le substrat reste élastique et ne peut pas accommoder les déformations des macles, on assiste à la création de tout un réseau de macles tel qu'on en a déjà vu dans la figure VII.4 ou tel que l'on peut en voir, en tranche, sur la micrographie de la figure VIII.12. On note cependant que le mode de formation de ces réseaux, par reflexion à l'interface, n'est pas expérimentalement démontré au regard de la figure VIII.12.

VIII.3 Modélisation de l'endommagement – Elaboration d'un critère de clivage

Nous savons que pour pouvoir tenir compte de l'endommagement des revêtements de zinc, il faut être capable de décrire l'apparition et la propagation des fissures de clivage. On se propose, dans cette partie, d'identifier un critère de clivage dont la formulation est basée sur les observations de Gilman [Gilman, 1954] et Deruyttere et Greenough [Deruyttere and Greenough, 1956]. Ces derniers ont montré (figure VIII.13) que la contrainte de clivage des monocristaux de zinc décroît lorsque la quantité de glissement basal augmente. On peut généraliser cette observation en ne considérant non plus le glissement basal sur un plan unique (comme c'est le cas pour



FIG. VIII.9 – Formation et propagation d'une macle d'un monocristal de zinc en traction (a) (tel que cela a été observé par Price [Price, 1960]) puis en compression (b)



FIG. VIII.10 – Emission d'une macle en pointe de fissure : distribution de la contrainte de cisaillement résolue ((a), en MPa) et déformation plastique équivalente (b)



FIG. VIII.11 – Maclage multiple d'un revêtement de zinc : la première macle rebondit à l'interface revêtement/substrat (gauche), réflexion multiple et germination de macles créent un réseau de macles dans le revêtement (droite, seul le revêtement est représenté)



FIG. VIII.12 – Vue en coupe d'un revêtement de zinc montrant la forme et l'orientation des macles ; l'épaisseur du revêtement est de 10µm



FIG. VIII.13 – Variations de la contrainte normale à la rupture avec l'orientation d'un monocristal de zinc. Résultats de Deruyttere et Greenough ([Deruyttere and Greenough, 1956]) et Gilman; issus de [Gilman, 1954]

Gilman) mais la quantité de glissement cumulée sur les trois systèmes de glissement basal. Enfin la forme de la courbe trouvée par Gilman et Deruyttere et Greenough peut-être modélisée par une hyperbole, ce qui revient à dire que le critère de clivage des monocristaux de zinc est fonction du produit σ_n , γ_{cum}^{bas} , σ_n étant la contrainte normale au plan basal (i.e. le plan de clivage) et γ_{cum}^{bas} , la quantité de glissement cumulée sur ce plan.

Afin de travailler sur des valeurs de contraintes réalistes et d'obtenir des résultats comparables avec nos données expérimentales, les simulations que nous allons réaliser le seront avec la loi de comportement du monocristal de zinc identifiée par approche inverse dans la partie IV.2.4 de ce manuscrit.

Considérons 4 échantillons différents, de matériau **NSK**, que l'on déforme par expansion équibiaxiale (avant tout polissage) à des taux de déformation respectivement de $\varepsilon_{eq} = 3\%$, 5%, 7% et 10%. Après essai, on regarde quels sont les grains qui ont clivé et on relève quelle est leur orientation cristallographique. Lors de cette analyse, on exclut les fissures apparues dans des macles. Comme on regarde les fissures a posteriori (et non en continu), on peut dire que les fissures apparues dans l'échantillon déformé à 3%, se sont formées avant 3% de déformation équivalente. De même, pour les autres échantillons, les fissures sont apparues avant respectivement 5%, 7% et 10% de déformation équivalente. Remarquons qu'en raison de l'effet de la couche d'oxyde, nous ne pouvons réaliser cette étude sur un seul et même échantillon observé au cours d'essais d'expansion interrompue. En effet cela aurait pour effet de diminuer très nettement le nombre de fissures et de rendre l'étude moins représentative. De plus, on s'éloignerait du matériau industriel.

On peut alors calculer, à l'aide du modèle simplifié, les valeurs de σ_n et de γ_{cum}^{bas} pour tous les grains clivés, aux taux de déformation auxquels ont été faites les analyses EBSD. Le résultat de ces calculs est montré sur la figure VIII.14. Comme on peut le constater, on observe une certaine dispersion. Il faut cependant tempérer cette constatation en considérant que les fissures détectées à 10% de déformation équivalente ont pu apparaître bien avant cette valeur. Ainsi la figure VIII.14 montre trois courbes d'écrouissage de grains clivés de l'échantillon déformé à 7%. Comme on le constate, le grain bleu le plus haut vient parfaitement se placer dans le nuage de points rouges,



FIG. VIII.14 – Contrainte normale au plan basal fonction de la déformation basale cumulée pour des grains ayant clivé : à 3% de déformation équivalente, 5% de déformation équivalente, 7% de déformation équivalente et 10% de déformation équivalente. Trois courbes d'écrouissage, de grains fissurés sur l'échantillon déformé à 7%, sont aussi représentées

l'essai à 3% de déformation équivalente, si on suppose qu'il a clivé au début de l'essai. On peut ainsi replacer, par la pensée, certains points bleus, verts et cyans, pour ne conserver à leur place que les points qui ont les contraintes normales les plus faibles. Une telle démarche revient à considérer que le critère de clivage que l'on cherche se confond avec la courbe enveloppe basse du nuage de points de la figure VIII.14. C'est ce qui a été fait sur la figure VIII.15. Le critère retenu est de la forme

$$\sigma_n^* = \frac{k}{\gamma_{cum}^{bas} + \gamma_0^{bas}} + \sigma_n^0 \tag{VIII.4}$$

où σ_n^* est la contrainte normale seuil à partir de laquelle il y a clivage, k est un paramètre ajustable, γ_0^{bas} la quantité de glissement minimale pour qu'il y ait clivage et σ_n^0 , la contrainte normale minimale pour qu'il y ait clivage. L'application numérique de la figure VIII.15 donne k=4MPa, $\gamma_0^{bas} = 0,018$ et $\sigma_n^0 = 60$ MPa.

La contrainte normale au plan de clivage décroît de manière brutale avec l'augmentation de la quantité de glissement cumulé sur le plan basal; on retrouve des résultats semblables à ceux de Gilman et de Deruyttere et Greenough : lorsque $\gamma = 0, 1$, ils trouvent que la contrainte normale au plan de clivage est divisée par 20. La courbe enveloppe basse de la figure VIII.15, donne un facteur 3 au lieu d'un facteur 20.

Gilman gradue sa courbe en fonction des valeurs de χ , la désorientation entre la direction de traction et le plan basal. La décroissance de la contrainte normale est très rapide pour χ variant de 90 ° à 60°; au-delà, la décroissance de la contrainte normale seuil au plan de clivage est nettement plus faible.

Les points hauts de la figure VIII.15, ont des angles d'Euler qui se caractérisent par un angle Φ (de (ϕ_1, Φ, ϕ_2)) proche de 90°. Les grains qui ont une contrainte normale à rupture importante et ceux qui ont une contrainte normale à rupture faible sont représentés sur le triangle standard suivant <u>ND</u> de la figure VIII.16. On constate que ces deux types de grains sont groupés autour de position de Φ commune : plus ce dernier est proche de 90°, plus la contrainte normale à rupture est forte ; plus Φ est proche de 60°, plus la contrainte normale à rupture est faible. On a constaté expérimentalement que les grains qui ont un angle Φ qui n'appartient pas à l'intervalle [60; 120] ° ne



FIG. VIII.15 – Contrainte normale au plan basal fonction de la déformation basale cumulée pour des grains ayant clivé : à 3% de déformation équivalente, 5% de déformation équivalente, 7% de déformation équivalente et 10% de déformation équivalente. La courbe enveloppe basse est aussi représentée



direction <001>

FIG. VIII.16 – Orientation des grains qui ont clivé : les grains qui ont une contrainte normale à rupture élevée sont en bleu (le numéro indique la déformation équivalente de l'essai duquel ils sont issus); les grains qui ont une contrainte normale à rupture faible sont en rouge (le numéro indique la déformation équivalente de l'essai duquel ils sont issus)

clivent pas. Ainsi on retrouve une corrélation entre l'angle qui traduit la normalité du plan de clivage aux directions de sollicitations et la contrainte normale à rupture qui va dans le même sens que les observations faites pas Gilman.

Appliquons, à présent, le même critère de clivage mais en traction large et en traction simple et ce sur les orientations des grains clivés issus des échantillons déformés par expansion équibiaxiale. Ainsi, la figure VIII.17 montre trois nuages de points : les points bleus qui correspondent à l'essai d'expansion équibiaxiale à 3% de déformation équivalente, les points cyans qui correspondent aux mêmes orientations mais simulées en traction large à 3% de déformation équivalente, enfin les points rouges qui correspondent également aux mêmes orientations mais simulées en traction simple à 3% de déformation équivalente, enfin les points rouges qui correspondent également aux mêmes orientations mais simulées en traction simple à 3% de déformation équivalente. On constate que l'on retouve les tendances révélées par l'analyse d'images dans le chapitre précédent : l'expansion équibiaxiale est plus endommageante que la traction large et la traction simple. De nombreux points de traction large sont cependant proches de satisfaire le critère de clivage ; les simulations de traction simple sont très en deçà du critère. Cela est en accord avec l'absence de fissures de clivage observée durant les essais de traction simple et ce quelle que la soit la microstructure du revêtement étudié.

Si on réalise la même expérience mais avec les orientations des grains qui sont clivés en expansion équibiaxiale à 5% de déformation équivalente, on trouve des résultats nettement moins bons (figure VIII.18) : on ne retrouve plus les proportions (nombre de grains clivés en expansion)/(nombre de grains clivés en traction large) révélées par l'analyse d'images. Ce rapport est de 3 expérimentalement ; il est proche de 1 dans le cas présent. Enfin les essais de traction simple devraient se situer systématiquement au-dessous du critère de clivage. On retrouve des conclusions identiques pour les orientations des grains qui sont clivés en expansion équibiaxiale à 7% et 10% de déformation équivalente (figures VIII.19 et VIII.20).

Remarquons simplement que pour ces trois derniers cas, les niveaux de déformation atteints sont tels qu'il est nécessaire d'avoir recours aux transformations finies (grandes déformations) afin de tenir compte des rotations de réseau associées au glissement cristallographique. Une telle approche doit donner des résultats plus cohérents. De plus, les coefficients matériaux n'ont été identifiés que pour l'intervalle [0;5]% de déformation globale.

VIII.4 Bilan – Faits saillants

Nous allons à présent dresser un bilan des travaux réalisés durant la thèse et en rappeler les faits saillants. Nous allons voir, comment en partant de la microstructure des revêtements de zinc qui sont le support de cette étude, nous avons été amenés à nous intéresser au comportement du monocristal de zinc allié à 0,2% d'Al, de



FIG. VIII.17 – Grains clivés et analysés par EBSD de l'essai d'expansion équibiaxiale à 3% de déformation équivalente : simulation de leur comportement en traction simple, en traction large et en expansion équibiaxiale. Position des points par rapport au critère de clivage



FIG. VIII.18 – Grains clivés et analysés par EBSD de l'essai d'expansion équibiaxiale à 5% de déformation équivalente : simulation de leur comportement en traction simple, en traction large et en expansion équibiaxiale. Position des points par rapport au critère de clivage



FIG. VIII.19 – Grains clivés et analysés par EBSD de l'essai d'expansion équibiaxiale à 7% de déformation équivalente : simulation de leur comportement en traction simple, en traction large et en expansion équibiaxiale. Position des points par rapport au critère de clivage



FIG. VIII.20 – Grains clivés et analysés par EBSD de l'essai d'expansion équibiaxiale à 10% de déformation équivalente : simulation de leur comportement en traction simple, en traction large et en expansion équibiaxiale. Position des points par rapport au critère de clivage

quelle manière le substrat influence les déformations des grains de zinc formant les revêtements et quels sont les paramètres influençant leur endommagement.

VIII.4.1 Le comportement mécanique du monocristal de zinc allié à 0,2% d'aluminium

Dès le premier chapitre de ce manuscrit (partie I.4), nous avons vu que la microstructure très particulière des grains de zinc formant les revêtements nous suggère une approche dite multicristalline où chacun des grains est considéré comme un monocristal, entouré de voisins qui sont eux-mêmes des monocristaux. Les revêtements **NSK** et **SK** (respectivement n'ayant pas encore subi l'opération de *skin–pass* au sortir du bain de galvanisation et l'ayant subi) sont formés de grains "crêpes" de $600\mu m$ dans la plan de la tôle, monocristallins dans l'épaisseur du revêtement, soit d'une épaisseur de $10\mu m$. Un dernier revêtement, nommé **SKTT**, à petits grains, possède lui des grains de $40\mu m$ dans le plan, pour une épaisseur identique (partie III.2).

Cette microstructure rend caduque une approche polycristalline du comportement mécanique d'un tel revêtement. En ne considérant que la texture de l'ensemble, on fait des hypothèses qui ne permettent pas d'analyser proprement les modes de déformation et d'endommagement du revêtement dans son ensemble. On a ainsi été amené à s'intéresser au comportement mécanique du monocristal de zinc. Deux approches ont alors été développées : la première consiste à identifier ce comportement selon les données offertes par la littérature (partie II.2), la seconde s'appuie sur des essais réalisés au laboratoire, sur un zinc **massif** de composition identique à celle des revêtements (partie IV.2) (pour des raisons thermodynamiques [Leprêtre, 1996], le bain de galvanisation est légèrement enrichi en aluminium (+0,2% dans le revêtement), tandis que les revêtements sont saturés en fer (+0,015%)).

Cette composition chimique particulière rend d'autant plus difficile l'identification de la loi de comportement monocristalline à partir des données de la littérature. Il aura fallu tenir compte, pour chacun des systèmes de glissement du zinc ainsi que pour le maclage, de l'effet de ces éléments d'addition, de l'écrouissage latent. Cela représente un grand nombre de paramètres à identifier, ce qui implique un grand nombre de sources bibliographiques. L'identification faite révèle une grande anisotropie plastique du zinc (glissement sur le plan de base dix fois plus facile à activer que les autres modes de déformation), un comportement extrêmement sensible à la vitesse de déformation.

La seconde approche, développée pour compenser les approximations faites dans la première approche, repose sur la démarche suivante : essais mécaniques sur le matériau massif, simulation de ces essais grâce à un modèle de polycristal, validation par des calculs d'agrégat polycristallin [Barbe et al., 2001]. Une telle démarche doit permettre, si la base d'essais est suffisante, d'identifier correctement le comportement du monocristal de zinc. Cependant, cela reste une démarche longue; nous n'avons fait qu'initier le mouvement. Nous avons cependant pu mettre en défaut la loi de comportement identifiée sur les données de la littérature. En particulier, nous avons montré que le rapport des cissions critiques de cisaillement était différent de celui de la litérature (effet des éléments d'addition), que les coefficients de viscosité étaient fondamentalement différents de ceux issus de la littérature, que l'écrouissage enfin avait une composante cinématique (dont une part de restauration statique) importante. Cette approche a donc montré son intérêt et la méthodologie a été tracée. En fin de compte, on retient une anisotropie plastique moindre mais qui reste importante (le glissement basal est cinq fois plus facile à activer que le glissement pyramidal π_2 , son suivant), des cissions critiques de cisaillement et une sensibilité à la vitesse qui mettent les contraintes dans les monocristaux de zinc qui forment les revêtements au niveau des valeurs développées dans le substrat ferritique des tôles étudiées. Ce dernier résultat constitue une suprise au regard des hypothèses faites dans de nombreux articles.

VIII.4.2 L'effet du substrat

Munis de ce bagage, nous avons pu nous intéresser au comportement des monocristaux de zinc formant les revêtements étudiés. L'approche développée a mêlé analyse expérimentale des modes de déformation (identification des systèmes de glissement et de maclage grâce à la microscopie et à l'E.B.S.D) et simulations numériques. Les sollicitations étudiées ont été la traction simple ainsi que la traction large et l'expansion équibiaxiale. Ces tôles sont destinées à être embouties dans l'industrie automobile, il est donc nécessaire de couvrir un large champ de sollicitations. Le zinc **massif** de composition identique à celle des revêtements a été analysé au même titre que les trois revêtements cités. Il nous a permis : de valider la méthode d'analyse par la cohérence des résultats obtenus, mais aussi d'étudier expérimentalement l'influence du substrat sur les modes de déformation des grains de zinc des revêtements.

Tandis que le zinc **massif** exhibe un comportement mécanique classique où le glissement sur le plan de base est, de très loin, le premier mode de déformation (partie IV.1), les revêtements s'en distinguent très nettement. On a
VIII.4. BILAN – FAITS SAILLANTS

ainsi pu observer expérimentalement que les revêtements à gros grains se déforment principalement par glissement pyramidal π_2 et par maclage. Ces revêtements activent, en moyenne, 3 à 4 modes de déformation par grain de zinc, et ce dès les premiers pourcents de plasticité. Le revêtement à petits grains, quant à lui, a un comportement mécanique très fortement dépendant de la taille de grains, qui oscille entre le comportement du zinc **massif** et celui des revêtements à gros grains (partie V.2). On observe également que les joints des grains des revêtements à gros grains sont d'une faible tenue mécanique : l'intégralité de l'effort des grains de zinc est fournie par l'interface zinc/acier (partie V.1). On a cependant montré, tant du point de vue expérimental que numérique, et ce surtout pour le zinc massif et le revêtement à petits grains, que les joints de grains sont des lieux privilégiés d'activation des systèmes de glissement : le glissement basal s'initie à leur proximité et les systèmes de glissement non-basals y sont concentrés. A de forts taux de déformation, on peut observer, sur les revêtements à gros grains, de la recristallisation aux anciens joints de grains, aux intersections de macles (partie V.2).

La texture fortement basale des revêtements ne constitue pas une explication suffisante de cette particularité de comportement mécanique. En effet des grains très bien orientés pour glisser suivant le plan basal, activent eux aussi plusieurs modes de déformation, et ce dès les premiers pourcents de déformation, sans qu'aucun ne s'identifie au glissement sur le plan de base. Les différences observées entre le comportement du zinc **massif** (et du revêtement à petits grains) et celui des revêtements à gros grains s'expliquent aussi par la présence du substrat.

Un calcul de multicristal formé de 34 grains de zinc déposés sur un substrat ferritique a été réalisé (partie V.3). La microstructure réelle d'une éprouvette de traction étudiée *in situ* dans la chambre d'un M.E.B. a servi de matrice au maillage multicristallin. En parallèle, un calcul avec la même couche de zinc, mais en l'absence de substrat, a également été réalisé. De la sorte, on a pu montrer que les champs de déformation et de contraintes au sein des grains de zinc étaient fondamentalement différents selon que l'on est en présence ou non d'un substrat. On a ainsi montré qu'en présence d'un substrat, ce sont les déformations du substrat qui s'imposent aux grains de zinc. Ces grains qui sont des monocristaux ne peuvent, en règle générale, répondre à une telle sollicitation par glissement simple. Cela implique un état de contraintes biaxial avec, comme nous l'avons vu, une forte composante de compression dans le sens travers de la tôle, perpendiculaire au sens de traction/laminage. En l'absence de substrat, on observe des localisations de la déformation nettement plus importantes ; les grains qui présentent ces localisations n'étant pas forcément les mêmes que les grains qui se déforment le plus en présence du substrat. Cette forte **composante de compression** du tenseur des contraintes nous a également permis d'avancer une explication à un phénomène de localisation observé expérimentalement en traction simple (formation de formes lenticulaires qui ne sont pas des macles).

Un calcul identique, avec la même forme des grains, mais avec une taille des grains de zinc de $40\mu m$, a montré que, dans ce cas précis, des gradients de déformation et de contraintes importants pouvaient se développer dans l'épaisseur des grains (partie V.3). La biaxialité des contraintes, observée pour les revêtements, à gros grains, ne se retrouve, pour le revêtement à petits grains, qu'au niveau de l'interface zinc/acier. Au-delà, les gradients sont tels que l'on retrouve un état de contraintes de traction simple dans l'ensemble des grains de zinc. A cet état de contraintes correspond un nombre de systèmes actifs nettement moindre que dans le cas des revêtements à gros grains, avec du glissement basal pour l'essentiel. En particulier, le revêtement à petits grains ne se déforme quasiment pas par maclage.

L'ensemble de ces considérations, nous a permis de montrer que des modèles simples, de type Taylor relâché, rendent compte de manière très satisfaisante des modes de déformation actifs au sein des grains, dans le cas des revêtements à gros grains et ce pour les trois sollicitations testées : traction simple, traction large et expansion équibiaxiale (partie VIII.1 de ce chapitre). Ceci a été fait en confrontation avec les résultats expérimentaux sur des grains particuliers. Bien entendu, avec ce type de modélisation, on perd toutes les informations concernant la microstructure et on ne peut pas envisager d'améloriations telles que la modélisation de la formation des macles au sein des grains, de la formation de fissures de clivage, et de leurs interactions, comme cela est possible de l'envisager dans le cas des modélisations multicristallines.

VIII.4.3 L'endommagement des revêtements de zinc – influence de la microstructure

Les essais biaxiaux ont deux particularités par rapport aux essais de traction simple : premièrement ils activent nettement plus le maclage (ce que l'on peut modéliser par les deux approches citées plus haut), deuxièmement ils font apparaître l'endommagement des grains de zinc. On identifie ce dernier à l'apparition des fissures de clivage qui, contrairement aux fissures intergranulaires, mettent localement le substrat à nu (partie VII.1).

Comme on a pu le voir, ces fissures forment des réseaux, au sein des grains clivés, en interactions avec des réseaux de macles (partie VII.2). On a vu que les macles pouvaient faire germer des fissures (soit en réorientant le cristal : la fissure est alors dans la macle, soit en réalisant les concentrations de contraintes nécessaires à la germination de la fissure) et que les fissures émettent des macles au cours de leur croissance : ces émissions

de macles permettent de relaxer les contraintes en tête de fissure. La microstructure des revêtements est donc amenée à jouer un rôle essentiel par rapport à sa résistance à l'endommagement. C'est ce que l'on a pu mesurer grâce à l'analyse d'images : plus la microstructure devient fine, plus la résistance à l'endommagement s'accroît (partie VII.3). Ainsi du revêtement n'ayant pas subi le *skin-pass*, **NSK**, au revêtement à petits grains, **SKTT**, l'endommagement (i.e. le nombre de fissures de clivage et/ou leur longueur cumulée) est divisé par dix, à sollicitation égale.

L'étude de la microstructure permet d'expliquer ces résultats : le revêtement le plus endommageable, le revêtement **NSK**, est composé de grains dont la microstructure n'offre aucune barrière à la propagation des fissures de clivage : les fissures de clivage traversent en général les grains, même compte tenu du processus d'émoussement en tête de fissure que l'on vient d'expliciter. Etant donnée la texture des grains de zinc dans le revêtement **NSK**, l'opération de *skin–pass* a pour effet d'introduire de nombreuses petites macles, avec une longueur d'onde d'apparition de l'ordre de $40\mu m$. Ces macles constituent des joints de forte désorientation qui sont des barrières efficaces à la propagation des fissures de clivage ; les nouveaux grains de recristallisation, dus à la présence des macles, peuvent, eux aussi, arrêter la propagation des fissures de clivage. La longueur moyenne des fissures est divisée par 3 par rapport au cas non *skin–passé* et le nombre de fissures diminue également : les macles introduites par le *skin–pass* ne font pas augmenter le taux de germination des fissures de clivage. Enfin le revêtement **SKTT**, obtenu par recuit du revêtement *skin–passé*, **SK**, est celui qui possède l'endommagement le plus faible. Sa faible taille de grains ($40\mu m$) permet de développer des gradients de contraintes et de déformation dans l'épaisseur du revêtement. Ces gradients, couplés aux rotations matérielles des grains de zinc, autorisent une meilleure accommodation des contraintes. L'endommagement de ce revêtement est dix fois plus faible que celui du revêtement **NSK**.

Nous basant sur les observations de Gilman ainsi que sur nos propres résultats expérimentaux, nous avons identifié un critère de clivage (partie VIII.3). Le critère obtenu donne de bons résultats pour des taux de déformation qui restent dans le cadre des petites perturbations : on retrouve les résultats expérimentaux, à savoir que l'expansion équibiaxiale est plus endommageante que la traction large et que la traction simple ne produit pas de fissures de clivage. Pour des taux de déformation plus importants, les résultats deviennent moins bons : il faut tenir compte des rotations de réseau dues au glissement cristallographique et qui autorisent une accommodation géométrique des contraintes et améliorer l'identification des coefficients matériaux. Il apparaît donc nécessaire de se placer dans le cadre des grandes déformations pour espérer retrouver des résultats cohérents.

Enfin, nous avons montré que la présence d'une **couche d'oxyde** de zinc influence fortement l'endommagement des grains qui forment les revêtements : si on polit électrochimiquement les échantillons avant de les solliciter mécaniquement, on diminue leur endommagement par un facteur 10, à niveau de déformation égal (partie VII.4). Ce résultat suggère que des empilements de dislocations sur la couche d'oxyde peuvent avoir lieu durant la déformation des grains de zinc. Ces empilements, dus à l'incohérence des réseaux cristallographiques des grains et de leur oxyde, engendrent des concentrations de contraintes qui favorisent la germination des fissures de clivage. Des modèles micro-mécaniques permettant de rendre compte de ces effets sont à développer pour affiner le critère de clivage obtenu et ainsi mieux décrire l'endommagement des revêtements de zinc sur tôles d'acier galvanisées. Une adaptation, au cas sans couche d'oxyde, du critère de clivage obtenu dans ce travail peut simplement consister à ne considérer non plus toute la déformation équivalente du glissement sur le plan de base, mais uniquement sa composante incluse dans le plan de la tôle ; cela revient à considérer que les dislocations hors plan, débouchent à la surface libre et ne peuvent participer à un éventuel empilement de dislocations.

Chapitre -IX-

Conclusion et perspectives

IX.1 Conclusion

IX.1.1 Objectifs

Dans ce travail, nous nous sommes intéressés à la déformation et à l'endommagement des revêtements de zinc déposés par trempé en continu sur les tôles d'acier destinées à l'industrie automobile. Durant les phases d'emboutissage des tôles, on constate parfois des pertes de revêtement qui, si elles n'ont pas d'incidences sur la protection cathodique de la tôle, polluent les presses dont le nettoyage est une opération coûteuse.

Les revêtements étudiés sont composés d'une couche monophasée de zinc déposée sur un substrat ferritique (acier IF au titane). Entre les deux se trouve une couche intermétallique, Fe_2Al_5 qui inhibe la migration des atomes de fer vers le zinc et évite ainsi la formation des composés fer/zinc fragiles au sein du revêtement. Les revêtements étudiés sont donc ductiles par opposition aux revêtements plus fragiles, tels que les galvannealed, qui conservent une microstructure formée d'empilements de composés fer/zinc.

Trois revêtements ont été étudiés. Premièrement, le revêtement industriel que nous avons nommé *skin–passé* ou **SK** puisqu'il a subi, au sortir du bain de galvanisation, un léger laminage d'un allongement de l'ordre de 1,3%. On le différencie du revêtement n'ayant pas encore subi cette opération de *skin–pass* (on le dit non *skin–passé* ou **NSK**). Ce revêtement est monocristallin dans son épaisseur; les grains ont une taille de 600µm dans le plan de la tôle. Cette microstructure très particulière, de type "crêpe", nous a incité à considérer chaque grain comme un monocristal, caractérisé par une orientation cristallographique, entouré de grains qui sont eux-mêmes des monocristaux. Le revêtement **SK** se différencie du revêtement **NSK** par l'existence de nombreuses macles introduites par le *skin–pass*. Enfin un dernier revêtement, de composition identique aux deux premiers mais à grains fins ($\simeq 40\mu m$), **SKTT**, a également été étudié. Le but de l'étude est d'identifier les modes de déformation et d'endommagement de ces revêtements pour un large champ de sollicitations (de la traction simple à l'expansion équibiaxiale).

IX.1.2 Moyens

Pour ce faire, nous avons développé des méthodes d'identification des modes de déformation en couplant les relevés des lignes de glissement des grains, d'une zone déterminée, avec leur orientation cristallographique obtenue par E.B.S.D., avant toute déformation plastique.

Cette méthode a été appliquée aux trois revêtements cités ainsi qu'à un quatrième matériau : un zinc **massif**, de composition chimique identique à celle des trois revêtements. Pour chacun de ces matériaux, nous avons identifié les modes de déformation et d'endommagement lors d'essais mécaniques 1-D (traction simple) et 2-D (traction large et expansion équibiaxiale).

Enfin l'endommagement a été quantifié grâce à un module d'analyse d'images. Cela nous a permis de classer les matériaux au vu de leurs propriétés face à l'endommagement et de relier ces propriétés à leur microstructure.

IX.1.3 Résultats

- Déformation : nous avons montré que les revêtements se déforment en activant un grand nombre de modes de déformation : glissement cristallographique et maclage. Dès les premiers pourcents de plasticité, on compte 3 voire 4 modes actifs par grain; ce nombre augmente avec la biaxialité des sollicitations. Le glissement basal est sous-représenté par rapport à ce que nous enseigne la bibliographie : les modes de déformation principaux sont le glissement pyramidal π_2 et le maclage. Nous avons montré que cela n'est pas uniquement un effet de texture des revêtements de zinc, mais qu'il s'agit pour une grande part d'un effet de substrat. Les monocristaux de zinc formant les revêtements étudiés ne peuvent suivre les déformations du substrat qu'en développant des contraintes biaxiales en leur sein. Ces effets sont très fortement dépendants de la taille de grains : en la diminuant jusqu'à être de l'ordre de l'épaisseur des revêtements (grains de 40µm pour une épaisseur de 10µm), on annule ces résultats. Le glissement basal redevient alors le mode de déformation privilégié. Des calculs multicristallins, tenant compte de la microstructure des revêtements, ont permis de démontrer que cela s'explique par les possibilités qu'ont alors les grains de zinc de développer des gradients de déformation et de contraintes.
- Endommagement : nous avons identifié l'endommagement le plus sévère comme étant celui qui met localement le substrat à nu : ce sont les fissures de clivage qui apparaissent au sein des grains de zinc lorsque les sollicitations deviennent biaxiales. Nous avons quantifié cet endommagement en fonction des revêtements et des sollicitations. La sollicitation la plus sévère est l'expansion équibiaxiale; plus les revêtements ont une microstructure fine, moins ils s'endommagent. En particulier, le *skin-pass* permet de limiter la taille des fissures de clivage grâce aux obstacles que sont les joints de macles (désorientation de près de 90° du plan basal) et qui sont antérieures aux fissures. Enfin nous avons montré que l'endommagement peut-être encore réduit et ce par un facteur 10 en ôtant la couche d'oxyde qui se développe très rapidement sur ce type de revêtement.
- Loi de comportement du monocristal : les essais mécaniques sur le zinc massif nous ont permis de mettre au point une méthodologie d'identification de lois de comportement de monocristaux par approche inverse, avec validation par calcul d'agrégats polycristallins. Les premiers résultats que nous avons obtenus ont largement mis en défaut les valeurs identifiées dans la littérature : en particulier pour le rapport des cissions critiques de cisaillement du glissement basal et du glissement pyramidal π_2 ainsi que pour la sensibilité à la vitesse de déformation.
- Modélisations : deux types de modélisation ont été réalisés : les modélisations multicristallines qui ont permis d'obtenir de nombreux résultats (en particulier sur l'influence du substrat sur les modes de déformation) et une modélisation simplifiée de type Taylor. Cette seconde approche permet de décrire correctement les modes de déformation des revêtements à gros grains et d'identifier quels sont les grains qui vont cliver pour une sollicitation donnée. En revanche, seule la modélisation multicristalline permet d'envisager une description physique des macles et fissures et de leurs interactions. Cela a été abordé dans ce travail. La modélisation nous a également permis d'étudier la rugosité induite par la plasticité, tant à la surface libre qu'à l'interface. Une étude paramétrique a été menée dans ce sens. De même, seule une telle modélisation peut décrire les gradients de contraintes et de déformation au sein des grains qui sont une composante essentielle du comportement mécanique des revêtements à petits grains.

IX.2 Perspectives

Les résultats obtenus sont nombreux et témoignent de la quantité de travail encore à fournir pour bien comprendre quels sont les modes d'endommagement qui mènent aux défauts communément appelés "écaillage" et "poudrage" par les emboutisseurs : ce sont des pertes substantielles de zinc lors des phases de mise en forme des tôles. Les tôles étudiées dans ce travail sont destinées à l'industrie automobile : nous n'avons finalement que peu tenu compte de cet aspect. En particulier, le contact avec les outils de mise en forme a été mis de côté.

- Contact avec outil. C'est une perspective essentielle : il s'agit de comprendre comment le contact permet de passer de l'endommagement tel que nous l'avons identifié aux défauts connus par les emboutisseurs. Du point de vue de la modélisation, là encore l'aspect multicristallin semble offrir des perspectives fructueuses. Il s'agit en particulier de comprendre si l'écaillage et le poudrage sont des phénomènes dont l'échelle est celle du grain ou s'il s'agit d'un délaminage de plus grande ampleur.
- Développer le multicristal : nous avons vu combien ce type d'approche peut s'avérer riche d'enseignements. A l'heure où la puissance informatique double tous les trois ans (à l'heure actuelle, on peut réaliser des calculs avec 20.000 degrés de liberté en séquentiel et avec 1.000.000 de degrés de liberté

en parallèle), on sait que des descriptions fines de microstructures deviennent possibles. On peut également envisager de différencier, au niveau des lois de comportement, l'interface de la surface libre et traduire ainsi l'attirance des dislocations pour la surface libre. Pour ce faire, plusieurs solutions sont envisageables : matériaux à gradients de propriétés mécaniques, milieux de Cosserat, ... La modélisation des mécanismes d'endommagement (fissures de clivage, macles et leurs interactions) est une perspective importante de ce type d'approche.

- Appliquer la méthodologie d'identification de la loi de comportement du monocristal par calcul sur agrégat : pour les mêmes raisons que celles que l'on vient d'expliciter, la méthode d'identification de lois de comportement monocristalline développée dans ce travail semble très prometteuse. La première identification proposée dans ce travail reste très insuffisante.
- Optimiser le skin-pass : nous avons vu que le skin-pass avait de nombreuses conséquences sur la microstructure des revêtements de zinc : rugosité, macles, nouveaux grains (en faisant éventuellement suivre le skin-pass par un traitement thermique). Tous ces paramètres microstructuraux influencent très fortement la résistance à l'endommagement des revêtements. Il y a là un potentiel important qu'il faut exploiter et optimiser.
- Texture : enfin, il ne faut pas délaisser les leviers d'action plus classiques. Un travail sur la texture des revêtements étudiés pour réduire sa composante basale paraît bénéfique : on peut ainsi espérer activer plus de glissement basal et atteindre des contraintes moins fortes au sein des grains de zinc, et, par cette même occasion, réduire le nombre de fissures de clivage apparues. De même, on peut espérer, par un tel biais, mieux contrôler la rugosité induite par la plasticité.

Annexe -A-I-

Indexation de Frank

Cette annexe repose sur les travaux de Frank [Frank, 1965] et de Pond [Pond, 1986] et de Shubnikov et Koptsik [Shubnikov and Koptsik, 1974]. Ces travaux décrivent comment le réseau hexagonal peut être considéré comme la projection d'un hypercube d'un espace 4D, le long de l'axe [1110] $_4$ de cet espace. Cette projection est schématisée, en 3D, sur la figure A-I.1. où les vecteurs \underline{e}_i de la base canonique sont projetés le long de [111]. On conserve ainsi la description de la symétrie d'ordre 6 propre à la notation de Miller-Bravais.

Dans le cas d'un espace à quatre dimensions, que l'on notera génériquement avec l'indice 4, la démarche est la même. Nous allons projeter les vecteurs de la base canoniques $(\underline{e}_i)_4$ le long de l'axe $[1110]_4$ (i.e. dans le plan $(1110)_4$ puisque nous sommes dans un réseau cubique). Le résultats de cette opération est :

$$\begin{cases} \underline{a}_{1} = \frac{1}{3} [2\overline{1}\overline{1}0]_{4} \\\\ \underline{a}_{2} = \frac{1}{3} [\overline{1}2\overline{1}0]_{4} \\\\ \underline{a}_{3} = \frac{1}{3} [\overline{1}\overline{1}20]_{4} \\\\ \underline{a}_{4} = \underline{e}_{4} = [0001]_{4} \end{cases}$$
(A-I.1)

Ces vecteurs sont équivalents aux vecteurs de Miller-Bravais. On a les relations

$$\|\underline{a}_i\|_{i=1,3} = \sqrt{\frac{2}{3}} \|\underline{e}_i\| et \|\underline{a}_4\| = \|\underline{e}_i\|.$$
 (A-I.2)

D'où la maille hexagonale issue de la projection possède un rapport $\left(\frac{c}{a}\right)$ de $\sqrt{\frac{3}{2}}$. On peut donc obtenir une maille hexagonale possèdant un rapport paramétrique $\left(\frac{c}{a}\right)$ quelconque en multipliant la composante parallèle à [0001]₄ par un facteur Λ tel que :

$$\Lambda = \sqrt{\frac{2}{3}} \left(\frac{c}{a}\right) \simeq 1,515 \, dans \, le \, cas \, du \, Zn. \tag{A-I.3}$$

Ainsi pour convertir un vecteur $[uvtw]_4$ en vecteur de Miller-Bravais, il suffit de multiplier la composante w par $\frac{1}{\Lambda}$. On aura donc les relations simples suivantes entre l'espace de Miller-Bravais et l'espace de Frank :

- [uvtw] deviendra $[uvt(\Lambda w)]_4$
- la normale à un plan (*hkil*) deviendra $[hki\frac{l}{\Lambda}]_4$
- un plan (*hkil*) aura pour indices (*hki* $\frac{l}{\Lambda}$)₄

On peut alors définir les outils mathématiques classiques :

- Le produit scalaire : Soient deux vecteurs \underline{U} et \underline{V} , sachant que $e^2 = \frac{3}{2}a^2$, leur produit scalaire s'écrit :

$$\underline{U}.\underline{V} = \underline{U}_{4}.\underline{V}_{4} = [u_{1}, v_{1}, t_{1}, \Lambda w_{1}]_{4}.[u_{2}, v_{2}, t_{2}, \lambda w_{3}]_{4} = \frac{3}{2}a^{2}(u_{1}u_{2} + v_{1}v_{2} + t_{1}t_{2} + \Lambda^{2}w_{1}w_{2})$$
(A-I.4)



FIG. A-I.1 – *Principe de l'approche de Frank*; projection d'un système cubique à trois dimensions le long de l'axe [111] pour obtenir un hexagone plan

De cette relation, on déduit la norme d'un vecteur ainsi que la distance interréticulaire entre deux plans (hkil):

– Norme d'un vecteur :

$$\|\underline{U}\| = \|\underline{U}_{4}\| = \|[uvt\Lambda w]_{4}\| = a\sqrt{\frac{3}{2}(u^{2} + v^{2} + t^{2} + \Lambda^{2}w^{2})}$$
(A-I.5)

- Distance interréticulaire :

$$d_{hkil} = \frac{a\sqrt{\frac{3}{2}}}{\sqrt{h^2 + k^2 + i^2 + \frac{l^2}{\Lambda^2}}}$$
(A-I.6)

- **Produit vectoriel :** Pond a montré que si on a deux vecteurs \underline{U} et \underline{V} , sachant que $e^2 = \frac{3}{2}a^2$, leur produit vectoriel s'écrit :

Annexe -A-II-

Le maclage du zinc

A-II.1 Pour une meilleure compréhension du maclage

Afin de mieux comprendre le phénomène de maclage, nous allons chercher à retrouver les relations analytiques qui ont été énoncées dans la partie II.1.1d). Pour ce faire, nous allons, dans un premier temps, introduire l'indexation de Frank qui permet des calculs cristallographiques plus faciles.

Auparavant, nous ferons une description physique du maclage, mécanisme de type germination-croissance. Les articles de Christian [Christian, 1965, Christian and Mahajan, 1995]

A-II.1.1 Description physique du maclage

Les auteurs différencient en général deux phases bien distinctes dans le processus de maclage. Ces deux phases sont illustrées sur la figure A-II.1 issue d'un essai sur whisker de zinc effectué par Price en 1960, [Price, 1960]. Sur cet essai on distingue clairement une phase de germination qui demande un très fort état de contrainte ainsi qu'une phase de croissance, instable puis stable.

- La germination : C'est un processus encore peu compris sur les hexagonaux. La littérature les classe en deux catégories qui sont :
 - La germination selon un mécanisme de pôle.

Thompson et Millard, en 1952, [Thompson and Millard, 1952], proposent un modèle de formation d'une macle (1012) suivant la réaction $[0001] \rightarrow [1011] + [1010]$. La seconde partielle est considérée comme un point d'ancrage (pôle), tandis que la première glisse dans le plan de macle autour de l'autre. D'autres mécanismes ont été proposés tels que la germination induite à partir du mouvement de défauts dans un embryon préexistant et associé à une dislocation glissile (Chyung et Wei, 1967, citechyung-wei-67). Ces auteurs mettent ainsi en avant une taille critique à partir de laquelle la macle devient stable; ils situent cette taille à environ 70nm.

La germination homogène.

C'est Orowan [Orowan, 1954] qui introduit ce concept en 1954; il explique la germination homogène par l'existence de zones de concentration de contraintes. Bell et Cahn, [Bell and Cahn, 1956], pensent que c'est une telle germination qui a lieu dans le zinc. Ils suggèrent que l'interaction des dislocations de glissement basal et pyramidal est un moyen privilégié de germination. Price, [Price, 1960], confirme cela en obtenant des macles en surface sur des whiskers. Yoo et Lee [Yoo and Lee, 1991], en 1991, estiment la taille embryonnaire critique dans ce type de germination à 10nm.

- La croissance : Associé au mécanisme de germination polaire, Thompson et Millard proposent un mécanisme de croissance des macles ($10\overline{12}$) par glissement des dislocations de maclage, ou encore dites "zonales", le long du plan de macle. On revient sur cette dislocation de macle dans la partie A-II.2.1, page 235. Ainsi on peut décrire le maclage par un cisaillement homogène. On revient sur cette description dans la partie suivante. On peut alors utiliser un critère de Schmid (à la restriction près que τ doit être positif strictement). Ce modèle ne permet cependant pas d'expliquer les vitesses supersoniques observées lors de la



FIG. A-II.1 – Essai de traction sur un whisker de zinc. Illustration du processus de germination croissance du maclage. [Price, 1960]



FIG. A-II.2 – Modèle de macle lenticulaire d'après [Christian, 1965]

croissance des macles mécaniques.

Christian et Mahajan, [Christian, 1965], suggèrent que la croissance normale au plan de macle (épaississement) se fait par la germination homogène de boucles de dislocations de maclage successives (figure A-II.2). Lay et Nouet, [Lay and Nouet, 1994a], ont observé par MEHR que la croissance des macles dans le zinc est effectivement obtenue par glissement parallèle au plan de macle.

Le maclage est extrêmement important dans les hexagonaux puisqu'il permet, comme nous le verrons, de réorienter favorablement le cristal, dans le sens d'un glissement plus aisé. Partridge rapporte, [Partridge, 1957], que sur un polycristal texturé de Zr, orienté favorablement, la fraction volumique de macles est proportionnelle à la déformation plastique alors que le taux de déformation dû au maclage reste inférieur à 10%. De même, l'importance du maclage sur les propriétés de ductilité des matériaux a été illustrée par Stoloff et Gensamer, qui en réalisant un alliage de Cd-Mg possédant un rapport $\left(\frac{c}{a}\right) = \sqrt{3}$ ont éliminé les possiblités de maclage (voir figure II.9, page 36, issue de [Yoo, 1981]) et ont obtenu un matériau aux propriétés extrêmement fragiles. Enfin, on note qu'en règle générale, le maclage est plus important dans les polycristaux à taille de grains importante.

Dans les sections A-II.2.1 à A-II.2.3, page 235 et suivantes, on discute d'autres propriétés du maclage, notamment en terme de concentration de contraintes et des interactions possibles entre macles et dislocations du cristal-mère.

A-II.1.2 L'indexation de Frank

Cette indexation est introduite par Frank en 1965 [Frank, 1965] et reprise puis améliorée par Pond en 1986 [Pond, 1986] selon les travaux de Shubnikov et Koptsik [Shubnikov and Koptsik, 1974].



FIG. A-II.3 – *Principe de l'approche de Frank*; projection d'un système cubique à trois dimensions le long de l'axe [111] pour obtenir un hexagone plan

Dans le but de conserver les avantages du système de Miller-Bravais et de simplifier les expressions mathématiques, Frank a défini un repère orthonormé, à quatre dimensions, qui permet de décrire la maille hexagonale. Plus particulièrement, il montre que les directions et les plans du système hexagonal peuvent être interprétés comme les vecteurs d'un espace à quatre dimensions projetés dans une partie tridimensionnelle de cet espace : l'espace physique ou encore la maille hexagonale.

Ainsi, les axes du système de Miller-Bravais $(\underline{a_1, a_2, a_3, c})$ sont définis comme la projection des vecteurs de la base canonique orthonormée de l'espace à quatre dimensions le long de la direction $[1110]_4$, où l'indice 4 signifie que nous sommes dans l'espace de Frank. Le passage entre les deux espaces est d'une extrême simplicité : une direction [uvtw] deviendra dans l'espace de Frank $[uvt(\Lambda w)]_4$ et un plan (hkil) deviendra pour sa part $(hki\frac{l}{\Lambda})_4$. Dans cet espace, le plan $(hkil)_4$ aura effectivement une normale d'indices $[hkil]_4$. En outre, dans cet espace, nous raisonnons sur une base orthonormée, on peut donc en toute confiance utiliser les outils mathématiques classiques : produit scalaire, produit vectoriel (voir sa définition, annexe A-I, 223), matrices de rotation, etc.

Enfin, dans cet espace, tous les vecteurs sont des vecteurs matériels dont la norme est bien la distance interréticulaire du plan correspondant et ce grâce à l'introduction du paramètre Λ qui permet de tenir compte du rapport $\left(\frac{c}{a}\right)$, qui vaut $\Lambda = \sqrt{\frac{2}{3}} \left(\frac{c}{a}\right) \simeq 1,515$ dans le cas du zinc.

L'approche de Frank est schématisée sur la figure A-II.3 dans le cas de la projection d'un espace à trois dimensions sur un espace à deux dimensions le long de l'axe [111].

A-II.1.3 Le maclage par le cisaillement

Nous allons appliquer la relation de cisaillement du chapitre précédent avec $K_1 = \frac{1}{2}(10\overline{12})$ et $\underline{\eta}_1 = \frac{1}{2}[10\overline{11}]$ ainsi que $\gamma = 0.139$. Dans l'espace de Frank, ces indices deviennent :

$$\begin{cases}
K_{1} = \frac{1}{2}(10\overline{1}\frac{2}{\Lambda})_{4} \text{ de normale } \underline{n}_{1} = \frac{1}{2}[10\overline{1}\frac{2}{\Lambda}]_{4} \\
\underline{\eta}_{1} = \frac{1}{2}[10\overline{1\Lambda}]_{4} \\
\underline{n}_{1} \wedge \underline{\eta}_{1} = \frac{1}{3}[1\overline{2}10]_{4}
\end{cases}$$
(A-II.1)

Ce qui nous donne une base orthonormée $(E_i)_4$ attachée au cisaillement de maclage :

$$\begin{cases} \underline{E}_{\underline{1}} = \frac{\sqrt{2}[10\overline{1\Lambda}]_{4}}{\Lambda\left(2 + \frac{4}{\Lambda^{2}}\right)^{\frac{1}{2}}} = \frac{\underline{\eta}_{\underline{1}}}{||\underline{\underline{\eta}}_{\underline{1}}||} \\\\ \underline{E}_{\underline{2}} = \frac{\left[10\overline{1}\frac{2}{\Lambda}\right]_{4}}{\left(2 + \frac{4}{\Lambda^{2}}\right)^{\frac{1}{2}}} = \frac{\underline{n}_{\underline{1}}}{||\underline{\underline{n}}_{\underline{1}}||} \\\\ \underline{E}_{\underline{3}} = \frac{\left[1\overline{2}10\right]_{4}}{\sqrt{6}} = \frac{\underline{n}_{\underline{1}} \wedge \underline{\underline{\eta}}_{\underline{1}}}{||\underline{\underline{n}}_{\underline{1}} \wedge \underline{\underline{\eta}}_{\underline{1}}||} \\\\ \underline{E}_{\underline{4}} = \frac{\left[1110\right]_{4}}{\sqrt{3}}, \text{ axe de projection de l'espace de Frank} \end{cases}$$
(A-II.2)

Dans cette base, le tenseur de cisaillement s'exprime par :

$$F_{\sim 4} = \sum_{i=1}^{4} \underline{E_i} \otimes \underline{E_i} + \gamma \underline{E_1} \otimes \underline{E_2}$$
(A-II.3)

Cherchons alors ce que deviennent certains vecteurs particuliers de la maille hexagonale. Si on applique $F_{\sim 4}$ au vecteur matériel $\underline{c} = \frac{1}{2}[0001] = \frac{1}{2}[000\Lambda]_4$, on trouve :

$$F_{\underline{a},\underline{c}} = (\underline{E}_{\underline{i}},\underline{c})\underline{E}_{\underline{i}} + \gamma(\underline{E}_{\underline{2}},\underline{c})\underline{E}_{\underline{1}}$$
(A-II.4)

soit, tous calculs faits, on obtient dans la base de Miller-Bravais :

$$F_{-4} \cdot \underline{c} = \frac{2}{2 + \frac{4}{\Lambda^2}} \left(\underline{n}_1 - \underline{\eta}_1 + \frac{\gamma}{\sqrt{2\Lambda}} \underline{\eta}_1 \right)$$

$$F_{-4} \cdot \underline{c} = \frac{1}{2 + \frac{4}{\Lambda^2}} \left(\left[10\overline{1}\frac{2}{\Lambda^2} \right] - \left[10\overline{11} \right] + \frac{\sqrt{2\gamma}}{\Lambda} \left[10\overline{11} \right] \right).$$
(A-II.5)

vecteur dont la norme vaut (calculs faits dans l'espace de Frank) :

$$\|\left(\underline{F}_{4},\underline{c}\right)\| = \sqrt{\frac{1}{2 + \frac{4}{\Lambda^{2}}} \left\{1 + \frac{\Lambda^{2}(\frac{\sqrt{2\gamma}}{\Lambda} - 1)^{2}}{2}\right\}}.$$
 (A-II.6)

En multipliant les vecteurs par $\sqrt{\frac{3}{2}}|a|$ où a est le paramètre de la maille hexagonale, on obtient, avec $\Lambda = \sqrt{\frac{2}{3}} \frac{c}{a} \simeq 1,515$: $||\underline{E}_i^*|| = |e|^* = \sqrt{\frac{3}{2}}|a|$:

$$\|\left(F_{4} \cdot \underline{c}\right)\| \simeq 0.707 e \simeq \frac{\sqrt{2}}{2} e^{*} = \frac{\sqrt{3}}{2} a = \|\frac{1}{2} [10\overline{1}0]_{4}\|$$
 (A-II.7)

Ceci montre donc que le vecteur matériel qui se trouve le long de l'axe sénaire se trouve transformé, par le cisaillement dû au maclage, en un vecteur matériel semblable au vecteur du plan basal $\frac{1}{2}[10\overline{10}]_4$. On peut donc pratiquer une réindexation de la partie maclée afin de conserver une description lisible du réseau maclé.

En effet entre l'ancien réseau dans lequel le maclage a lieu, et le nouveau réseau ainsi créé, on s'aperçoit que l'axe sénaire subit une rotation de près de 90° alors que la rotation matériellement subie par les atomes qui se trouvaient initiallement le long de l'axe sénaire et qui après cisaillement sont portés par $\frac{1}{2}[10\overline{10}]$, réindexation faite, est de :

$$\theta = (\underline{c}, \widehat{F_4}, \underline{c}) = \arccos\left(\frac{\underline{c}.(\underline{F_4}, \underline{c})}{\|\underline{c}\|.\|\underline{F_4}, \underline{c}\|}\right) = 4,47^{\circ}$$
(A-II.8)

On montre de la même manière que le vecteur $[10\overline{10}]$, ancien réseau, se transforme par le cisaillement en $[000\overline{1}]$, nouveau réseau.

Cherchons à présent le vecteur matériel qui ne subit pas de déformation par le cisaillement. Nous prenons ce vecteur comme appartenant au plan de cisaillement, il sera donc de la forme (dans $(\underline{E}_i)_4$) :

$$\underline{V} = \begin{pmatrix} x \\ y \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix}$$
(A-II.9)

soit avec la condition $\|\underline{V}\| = \|(\underline{F}_4, \underline{V})\|$, on trouve :

$$\underline{V} = x\underline{\underline{E}}_1 - \frac{2x}{\gamma}\underline{\underline{E}}_2 \tag{A-II.10}$$

On trouve ainsi que ce vecteur vaut, dans la base de Miller-Bravais :

$$\underline{V} = \left(\frac{\sqrt{2}}{\Lambda} - \frac{2}{\gamma}\right) [10\overline{1}0] - \left(\frac{\sqrt{2}}{\Lambda} + \frac{4}{\gamma\Lambda^2}\right) [0001]$$
(A-II.11)

dont l'application numérique donne bien un vecteur porté par $[10\overline{11}] = \underline{\eta}_2$. On peut également vérifier l'angle formé entre cette direction, $\underline{\eta}_2$, et le plan de maclage, ce qui est rendu très aisé grâce à la notation de Frank. Soit ϕ cet angle, on trouve $\phi = \arctan\left(\frac{2}{\gamma}\right)$, soit $\phi = 86,04^\circ$ comme l'indique Partridge, [Partridge, 1957].

Si on regarde, à présent, ce que donne (F_{4}, V) , on trouve un vecteur qui ne possède pas d'indices simples, proches de [4043] dans la base de Miller-Bravais de la partie non maclée :

$$F_{4} \cdot \underline{V} = \left(\frac{-\sqrt{2}}{\Lambda} - \frac{2}{\gamma}\right) [10\overline{1}0] + \left(\frac{\sqrt{2}}{\Lambda} - \frac{4}{\gamma\Lambda^{2}}[0001]\right)$$
(A-II.12)

cependant ce vecteur qui par définition vérifie $\|\underline{V}\| = \|(\underline{F}_4, \underline{V})\|$ est donc semblable à $\underline{\eta}_2$.

Ainsi ce vecteur matériel ne possède pas d'indices rationnels dans l'orientation du cristal mère et donc dans l'orientation de la macle puisque les cristallographes nous enseignent qu'il existe des relations simples de symétrie entre les deux réseaux.

C'est qu'entre le cisaillement et la description cristallographique *in fine*, une autre étape existe : *le shuffle*. Nous verrons ce mécanisme plus loin.

A-II.1.4 Le maclage comme rotation de réseau

Nous avons vu au chapitre précédent que le maclage se résume, *in fine*, à une rotation du réseau cristallin selon les quatre possibilités listées page 33. Nous allons déterminer la matrice de rotation qui correspond à une rotation du réseau de π autour de $\underline{\eta}_1 = \frac{1}{2}[\overline{1011}]$. Les calculs s'appuient sur l'article de Tomé et Kocks, [Tomé and Kocks, 1985]. Nous allons dans un premier temps chercher la matrice de rotation qui permet de passer du repère orthohexagonal (\underline{e}_i) comme défini dans la figure II.2 au repère propre au maclage (\underline{E}_i) exprimé dans la base orthohexagonale. La base (\underline{E}_i) s'écrit dans (\underline{e}_i) , avec $C = (\frac{c}{a})$:

$$\begin{cases} \underline{E}_{1} = \frac{1}{\sqrt{2(3+c^{2})}} \overline{[3\sqrt{3}(2C)]} \\ \underline{E}_{2} = \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3} + \frac{4}{C^{2}}}} \left[1 \frac{1}{\sqrt{3}} \frac{2}{C} \right] \\ \underline{E}_{3} \frac{1}{\sqrt{2(3+c^{2})}} \frac{1}{\sqrt{\frac{4}{3} + \frac{4}{C^{2}}}} \left[\left(\frac{-2\sqrt{3}}{C} - \frac{2C}{\sqrt{3}} \right) \left(2C + \frac{6}{C} \right) 0 \right] \end{cases}$$
(A-II.13)



FIG. A-II.4 – Rotation du réseau cristallin lors du maclage mécanique (1012) dans le zinc

La matrice de passage $A_{\underline{e}_i \to \underline{E}_i}$ de (\underline{e}_i) vers (\underline{E}_i) s'écrit donc (dans (\underline{e}_i)), application numérique faite :

$$A_{\underline{e}_i \to \underline{E}_i} = \begin{pmatrix} -0,591 & -0,341 & 0,731 \\ 0,633 & 0,365 & 0,682 \\ -0,501 & 0,868 & 0 \end{pmatrix}$$
(A-II.14)

tandis que la matrice de rotation du maclage s'écrit donc dans la base (\underline{E}_i) :

$$R_{twin}^{(\underline{E}_i)} = \begin{pmatrix} 1 & 0 & 0\\ 0 & -1 & 0\\ 0 & 0 & -1 \end{pmatrix}$$
(A-II.15)

soit dans la base (\underline{e}_i) :

$$R_{twin}^{(\underline{e}_{i})} = A^{T} R_{twin}^{(\underline{E}_{i})} A = \begin{pmatrix} -0,302 & 0,405 & -0,864 \\ 0,405 & -0,770 & -0,496 \\ -0,864 & -0,498 & 0,069 \end{pmatrix}$$
(A-II.16)

Les matrices de rotation des autres systèmes de maclage s'obtiennent par la rotation de $R_{twin}^{(\underline{e}_i)}$ de $\frac{2\pi}{6}$ autour de \underline{e}_3 (soit $H^{(\underline{e}_i)}$ cette matrice, exprimée dans (\underline{e}_i)). Soit en composant le nombre réquis de fois $R_{twin}^{(\underline{e}_i)}$ avec :

$$H^{(\underline{e}_i)} = \begin{pmatrix} \frac{1}{2} & \frac{-\sqrt{3}}{2} & 0\\ \frac{\sqrt{3}}{2} & \frac{1}{2} & 0\\ 0 & 0 & 1 \end{pmatrix}$$
(A-II.17)

selon la relation de passage

$$R_{twin_{kl}}^{\prime(\underline{e_{i}})} = H_{ki}^{(\underline{e_{i}})} H_{lj}^{(\underline{e_{i}})} R_{twin_{ij}}^{(\underline{e_{i}})}$$
(A-II.18)

Si on applique cette relation au vecteur \underline{e}_3 , on trouve :

$$R_{twin}^{(\underline{e}_i)} \underline{e}_3 \simeq \frac{-\sqrt{3}}{2} \underline{e}_1 - \frac{1}{2} \underline{e}_2 = [\overline{1}010]$$
(A-II.19)

ce qui est bien conforme avec ce qui a été trouvé dans la partie A-II.1.3. On peut alors se demander ce que devient le vecteur $\underline{\eta}_2 = [10\overline{1}1] = 3\underline{e}_1 + \sqrt{3}\underline{e}_2 + 2C\underline{e}_3$ par la relation (A-II.16) :

$$\underline{\eta}_{2}' = R_{twin}^{(\underline{e}_{i})} \cdot \underline{\eta}_{2} = -3\underline{e}_{1} + \sqrt{3}\underline{e}_{2} + 2C\underline{e}_{3} = [\overline{1}101]$$
(A-II.20)



FIG. A-II.5 – Exemple de shuffle d'un réseau simple durant un maclage de type I, avec q=4; la maille primitive (a) est cisaillée pour donner (b). Il apparaît alors nécessaire d'introduire le shuffle pour obtenir la maille finale (c). Les points r=0, r=2 et r=4 sont cisaillés directement à leur bon site dans la maille maclée (s=0, s=2 et s=4); les points r=1 et r=3 doivent être l'objet du shuffle pour être bien situés dans les plans s=1 et s=3. [Bilby and Crocker, 1965]

qui est bien un vecteur semblable à $\underline{\eta}_2$.

Entre le maclage décrit par le cisaillement, comme dans la partie précédente et le maclage vu comme rotation de réseau, comme ici, il existe donc une transformation que nous n'avons pas décrite et qui permet, entre autres choses, de conserver une relation d'équivalence entre $\underline{\eta}_2$ et $\underline{\eta}'_2$. Cette transformation s'appelle le *shuffle* et se traduit, comme nous allons le voir par de petits déplacements d'atomes, sans déplacement d'ensemble.

A-II.1.5 Le shuffle

Le shuffle a été l'objet d'une analyse profonde réalisée par Bilby et Crocker, [Bilby and Crocker, 1965], ainsi que par Christian, [Christian, 1965]. Dans son article de 1965, Bilby considère les relations *in fine* que doivent satisfaire le cristal mère ainsi que la macle. On rappelle ces relations :

- 1. Reflexion par rapport à K_1 .
- 2. Rotation de π autour de η_1 .
- 3. Reflexion par rapport au plan normal à $\underline{\eta}_1$.
- 4. Rotation de π autour de la normale à K_1 .

Bilby différencie les deux types de maclage (i.e. maclage de type I et maclage de type II) qui sont équivalents dans le cas du zinc [Christian, 1965].

Soit q, le nombre de plans K_1 d'une maille hexagonale interceptés par $\underline{\eta}_2$. On applique le cisaillement nécessaire au maclage, le long de K_1 . A l'issue de cette opération, certains atomes ne sont pas en position de noeud du réseau propre à la partie maclée. Il s'agit alors d'appliquer un déplacement d'atomes qui amène la structure atomique à satisfaire les relations de symétrie précédemment explicitées. Le shuffle pourrait être en partie activé thermiquement [Yoo, 1981] et de fait on n'observe expérimentalement que des systèmes de maclage qui impliquent le shuffle le plus faible possible.

Sur la figure A-II.5, issue de [Bilby and Crocker, 1965], on voit comment le shuffle prend schématiquement forme et pour quelles raisons il n'implique, dans le cas où q=4, ce qui est le cas du zinc, le déplacement que d'un "atome" sur deux. Le terme atome étant mis entre guillemets car le zinc est une structure de double réseau et non pas de réseau simple comme celle servant dans la figure A-II.5. Signalons que le shuffle est supposé se dérouler uniquement dans la famille de plans parallèles au plan de maclage dans le cas d'un réseau simple.

Sur la figure A-II.5, \underline{v}_i représente le vecteur unitaire dans la direction $\underline{\eta}_2$ exprimé dans la base du cristal mère, (\underline{c}_i), la base de la partie maclée étant génériquement notée (\underline{p}_i); d est la distance interréticulaire des plans de macle, \underline{t}_i est le vecteur unitaire de la direction $\underline{\eta}'_2$, \underline{u}_i , la direction de cisaillement, \underline{m}_i un vecteur du réseau modifié par le maclage.

Dans le cas d'une structure plus complexe comme un réseau multiple, le shuffle repose sur la même définition, à savoir être l'étape manquante entre le cisaillement et la relation de symétrie finale. Cela mène à des calculs complexes dont certains exemples sont schématisés sur la figure A-II.6.



FIG. A-II.6 – Exemples de shuffle d'un réseau double durant un maclage de type I ou II, avec q=4; La maille initiale est en (a), la maille cisaillée est en (b). En (c) se trouve la maille finale après un maclage de type I, d'après la relation in fine de symétrie. Les mailles (e) et (f) sont des exemples de shuffle permettant de relier (b) et (c). La maille (d) est la maille finale après un maclage de type II. Les mailles (g) et (h) sont des exemples de shuffle permettant de shuffle permettant de passer de (b) à (d). [Bilby and Crocker, 1965]



FIG. A-II.7 – Interaction joint de macle/dislocations; d'après [Yoo, 1981]

A-II.2 Effets du maclage

Les macles sont complexes et impliquent la prise en compte de certains effets propres. C'est le cas pour l'interaction possible entre dislocations issues du cristal mère avec la macle ainsi que des concentrations de contraintes en tête des macles.

A-II.2.1 Interaction dislocations-macles

a) Description des interactions

On définit une dislocation zonale de macle de vecteur de Burgers $n\underline{b}_{t} = (\frac{\gamma}{2})\underline{\eta}_{1}$ où *n* est un entier positif qui vaut $\frac{q}{2}$ avec q le nombre de plans K_{1} d'une maille hexagonale interceptés par $\underline{\eta}_{2}$ et γ est le cisaillement du maclage. La définition de ce vecteur est parfaitement décrite dans [Bilby and Crocker, 1965] et répond à un souci de cohérence à la fois cristallographique et atomique de la marche créée par le passage d'une telle dislocation dans le plan de macle. Dans le cas de la macle (1012), n vaut 2 (i.e. q vaut 4).

Yoo développe dans son article de 1966, une méthode systèmatique pour décrire l'interaction possible d'une dislocation donnée avec une macle donnée. Cette interaction est illustrée par la figure A-II.7 et se met sous la forme :

$$\underline{X}_{(hkil)_m} \to \underline{X}^*_{(hkil)_t} + n\underline{b}_t \tag{A-II.21}$$

où <u>X</u> est le vecteur de Burgers de la dislocation 'originale' glissant sur le plan de la matrice $(hkil)_m$ et <u>X</u>^{*} est le vecteur de Burgers de la dislocation résultante glissant dans le plan $(hkil)_t$ exprimé dans le repère de la macle. Ces différentes relations cristallographiques sont données par les relations suivantes :

$$\begin{cases} \underline{X}^* = T^* \underline{X} \\ n\underline{b}_t = B\underline{X} \\ (hkil)_t = (hkil)_m M \end{cases}$$
(A-II.22)

avec, dans le cas du maclage selon (1102), les matrices de transformation qui s'écrivent, dans la base de Miller :

$$T^* = \frac{-1}{2} \begin{pmatrix} 1 & 1 & 1 \\ 1 & 1 & -1 \\ 2 & -2 & 0 \end{pmatrix} et B = \frac{-\gamma}{8} \begin{pmatrix} 1 & -1 & -1 \\ -1 & 1 & 1 \\ 2 & -2 & -2 \end{pmatrix} et T = M^{*^T}.$$
 (A-II.23)

Le tableau A-II.1 donne les combinaisons cristallographiquement possibles dans les cas du maclage selon $(1\overline{1}02)$.

	Syst. de gliss. matrice		Syst. de gliss. macle		
	<u>X</u>	$(hkil)_m$	\underline{X}^*	$(hkil)_t$	n <u>b</u> t
	$\frac{1}{3}[11\overline{2}0]$	$(0002) \\ (1\overline{1}00) \\ (1\overline{1}01)$	$\frac{1}{3}[\overline{11}20]$	$(\overline{1}100) \\ (0002) \\ (\overline{1}10\overline{4})$	0
	$\frac{1}{3}[2\overline{11}0]$	(0002) $(01\overline{1}0)$ $(01\overline{1}1)$	$\frac{1}{6}[\overline{11}2\overline{3}]$	$(\overline{1}100)$ $(\overline{1}122)$ $(\overline{1}011)$	$-\underline{b}_t$
	$\frac{1}{3}[11\overline{23}]$	$(11\overline{2}2)$ $(1\overline{1}00)$ $(10\overline{1}1)$	$2.\frac{1}{3}[1\overline{2}10]$	$(\overline{1}010) \\ (0002) \\ (\overline{1}01\overline{1})$	2 <u>b</u> t
< <u>a</u> + <u>c</u> >	$\frac{1}{3}[2\overline{113}]$	$(\overline{2}11\overline{2})$ $(01\overline{1}0)$ $(1\overline{1}01)$	$\frac{1}{6}[5723]$	$(3\overline{12}6)(\overline{11}22)(\overline{1}10\overline{4})$	<u>b</u> _t
	$\frac{1}{3}[\overline{1}2\overline{1}3]$	$(1\overline{2}1\overline{2}) \\ (01\overline{1}0) \\ (01\overline{1}1)$	$\frac{1}{6}[5723]$	$(3\overline{126}) (1\overline{122}) (\overline{1011})$	3 <u>b</u> t
<u>c</u>	[0001]		[1100]		$-2\underline{b}_t$

TAB. A-II.1 – Interaction joint de macle/dislocations ; d'après [Yoo, 1981]

Il reste alors à savoir si ces interactions sont énergétiquement possibles. Grâce à une analyse d'interaction élastique à longue distance entre les dislocations et la macle (à opposer à l'interaction à courte distance qu'est celle entre dislocations et joint de macle), Yoo montre que dans le cas du zinc et du cadmium, cette interaction est énergétiquement favorable et ce d'autant plus que le glissement $< \underline{c} + \underline{a} >$ est favorisé dans la macle. L'auteur développe un critère énergétique permettant de prédire si l'incorporation de dislocations de la matrice dans la macle est possible, à la restriction près qu'il considère un milieu infini et non des macles lenticulaires d'épaisseur donnée.

b) Géométrie de la traversée des joints de macles par les dislocations

Lorsque des lignes de glissement traversent un joint de macle, trois configurations sont géométriquement possibles.

- Le maclage est postérieur au glissement : alors les lignes de glissement apparaîtront cisaillées à la hauteur des deux joints de la macle traversée. Ce cisaillement est de 13,9% lorsque le plan de cisaillement est confondu avec le plan d'observation et orthogonal au plan de maclage. Le cisaillement apparent est par contre plus faible, $(\gamma_{ap} = \gamma_{max} * \sin(\underline{N_{cis}, N_{macl}}) * \cos(\underline{N_{obser}, N_{cis}}))$,

dans le cas général, c'est à dire lorsque ces trois plans sont distincts. Dans ce cas, les micrographies montrent que sur la grande majorité des grains, le glissement est très faiblement dévié.

- Le maclage est antérieur au glissement. Alors deux configurations sont possibles :
 - Si la direction de glissement est commune au cristal mère et à la macle, le glissement n'apparaît pas dévié. Configuration possible dans le zinc.
 - Si la direction de glissement n'est pas commune au cristal mère et à la macle, le glissement apparaît dévié de la valeur calculée par la relation de rotation (relation A-II.16 et figure A-II.4), appliquée à la direction de glissement projetée sur le plan d'observation. Dans ce cas, les micrographies montrent une grande variété de valeurs de déviation de glissement. Ce cas est illustré sur la figure A-II.8

En pratique, il est assez difficile de préciser dans quel cas de figure nous sommes. Seul le dernier cas se détachera largement des deux autres.

c) Conséquences des interactions

La traversée de joints de macles par les dislocations peut avoir plusieurs effets. Parmi ceux-là, citons :



FIG. A-II.8 – Glissement dévié par la traversée d'une macle mécanique et glissement non dévié obtenus sur un revêtement (**NSK**) de zinc de l'étude. La macle est au centre de la micrographie, verticale.

- Croissance de macle. L'incorporation de dislocations dans la macle introduit des dislocations de macle qui vont glisser, sous l'application d'un cisaillement, le long du plan de macle et ainsi permettre à la macle de s'étendre. Ce mécanisme est schématisé par la figure A-II.7 sur laquelle on voit que les dislocations <u>b</u>, glissent le long du plan (1102). Par contre la germination ne peut s'expliquer par ce biais, car aucune réaction intrinsèque au cristal mère ne produit de dislocations de macle.
- Ductilité et rupture. Si nous nous plaçons dans le cas d'une incorporation défavorable des dislocations dans la macle, nous aurons en conséquence des empilements de dislocations au niveau de l'interface. Les concentrations de contraintes associées peuvent avoir des effets bénéfiques comme des effets néfastes sur le comportement mécanique du matériau. Si le matériau possède une énergie de germination de macle plus faible que son énergie de clivage, les empilements permettront de nouvelles germinations et par-là même vont favoriser un comportement ductile. Dans le cas contraire, on observera un comportement fragile. C'est le cas du zirconium et du béryllium. De plus l'incorporation de dislocation de type <u>a</u> par la macle $(1\overline{102})$ est génératrice de dislocations (<u>a + c</u>), ce qui est favorable à une bonne ductilité selon le critère de Taylor.

Des preuves expérimentales de ce type de réactions ont été observées par Tomsett et Bevis, [Tomsett and Bevis, 1968], au M.E.T. Plus récemment Lay et Nouet ont pu observer, grâce à la technique de microscopie électronique à haute résolution, de telles incorporations de dislocations au travers d'un joint de macle $(1\overline{102})$ dans le zinc (voir figure A-II.9), [Lay and Nouet, 1994a, Lay and Nouet, 1994b]. Enfin, Lavrentev et ses collaborateurs, ont montré sur un bicristal, dans [Bosin et al., 1996], que l'existence de glissement basal, suivi de la dissociation de dislocations de type <u>a</u> en partielles contenant des dislocations de macle était nécessaire à la croissance du joint de macle par glissement des dislocations de macle le long des joints de macle.

A-II.2.2 Concentrations de contraintes dues aux macles

Nous venons de voir que la "non-incorporation" de dislocations issues du cristal mère, par des macles peut être la source de concentrations de contraintes importantes, dues aux empilements de dislocations qui se forment. Yoo cite dans son article de 1981, [Yoo, 1981], un autre type de concentration de contraintes dues aux macles : il s'agit de l'interaction de deux macles entre elles.

A partir des travaux de Reed-Hill, Yoo rappelle que l'intersection d'un système de maclage par un autre système est facilitée par un maclage de second ordre au sein de la macle pénetrée [Yoo, 1981]. Ainsi, sur des métaux tels que le zirconium ou le titane, qui présentent de nombreuses familles de maclage, il est très fréquent de voir ce phénomène de croisement de macles. La ductilité de ces métaux est considérablement plus importante que celle des hexagonaux ne présentant qu'une seule famille de maclage comme c'est le cas pour le zinc et le beryllium. En effet, sur ces derniers, l'interpénétration de deux sytèmes de la même famille va être la source de concentrations de contraintes importantes qui, en l'absence de mécanismes de relaxation, peuvent mener à la naissance de fissures. Sur la micrographie figure A-II.10, on peut voir une telle situation. Les macles sont-elles à l'origine de la fissure



FIG. A-II.9 – Micrographie obtenue en microscopie électronique à transmission haute résolution montrant la traversée d'un joint de macle par une dislocation issue du réseau mère. [Lay and Nouet, 1994a]



FIG. A-II.10 – Interaction entre des macles et une fissure de clivage. Après essai d'expansion équibiaxié, $\varepsilon_{eq} = 11.4\%$. Observation en lumière polarisée.



FIG. A-II.11 – (a) Fissures de clivage au droit d'un joint de pliage en genou; issue de [Gilman, 1954] (b) Modélisation proposée par Stroh, [Stroh, 1958]

ou la fissure est-elle à l'origine des macles ? Il est nécessaire de pratiquer des essais *in situ* on interrompus pour se prononcer.

A-II.2.3 Macles et fissures

a) Modèle de rupture par clivage – Stroh, 1958

Gilman, en 1954 et 1958, Deruyttere et Greenough en 1956 ont étudié la rupture de monocristaux de zinc ([Gilman, 1954, Gilman., 1958, Deruyttere and Greenough, 1956]). Dans son article de 1954, Gilman étudie plus particulièrement le mécanisme de déformation par bande en genou (kink–band) très fréquent dans les monocristaux de zinc. Il montre des micrographies où des fissures de clivage prennent naissance au droit de joints de pliages en genou. La figure A-II.11 (a) montre le célèbre cliché de Gilman illustrant ce phénomène.

Stroh, dans son article de 1958 reprend ces observations et tente de modéliser le clivage d'un monocristal dont le plan de glissement principal est confondu avec le plan de clivage. Le fait qu'il considère un monocristal a pour effet de supprimer les obstacles classiques à l'avancée des dislocations que sont les joints de grains. De plus le fait que le plan de clivage est confondu avec le plan de glissement facile implique qu'un empilement de dislocations dans ce plan ne produit aucune contrainte normale au plan de glissement. Le zinc est dans ce cas si l'on ne considère pas les systèmes de glissement prismatiques et pyramidal π_2 , environ dix fois plus difficiles à activer que les systèmes basals.

Considérons la figure A-II.11 (b) sur laquelle la fissure de clivage est déjà présente. Observant les micrographies A-II.11 (a) et A-II.12 Stroh suppose qu'étant donné l'aspect curviligne régulier des lignes de glissement, les dislocations sont organisées en parois (i.e. en sous-joints de grain). De telles situations engendrent des désorientations qui sur les figures A-II.11 (a) et A-II.12 sont de 8° et 14°, ce qui est supérieur au 5° que Friedel



FIG. A-II.12 – (a) Fissure de clivage au droit d'un joint de pliage en genou dans un bicristal; issue de [Stroh, 1958]; observé par Gilman

[Friedel, 1956] estime minimum pour la germination d'une fissure.

Considérons maintenant la figure A-II.11 (b) sur laquelle la fissure de clivage est déjà présente. La partie basse du mur de dislocations est bloquée par un obstacle, tandis que la partie haute glisse sous la contrainte appliquée. Stroh considère qu'approximativement x/h dislocations interagissent entre elles avec une force de $Gb^2/2\pi x$. Il en résulte que le mur de dislocations vérifie la condition d'équilibre entre la force appliquée (τb sur chaque dislocation, $\tau L\theta$ pour l'ensemble des dislocations) et l'interaction entre dislocations de signe opposé $\left(\frac{G\theta^2 x}{2\pi}\right)$:

$$\left(\frac{G\theta x}{2\pi}\right) = \tau L \tag{A-II.24}$$

où τ est le contrainte de cisaillement sur le plan de glissement/clivage, $\theta = b/h$ est la désorientation, *L* la longueur de la paroi de dislocations, *G* est le module de cisaillement du monocristal considéré. Cette fonction fixe alors une position d'équilibre x qui détermine la géométrie de la fissure considérée. Dans son article de 1954, [Stroh, 1954], Stroh montre que cette géométrie est équivalente à une fissure de longueur

$$c = \left(\frac{(\theta x)^2 G}{8\pi\gamma_s}\right) \tag{A-II.25}$$

Identifiant (θx) et intégrant cette relation au critère de Griffith d'extension catastrophique de la fissure (équilibre entre l'énergie élastique restituée lors de l'avancée de la fissure et l'énergie dissipée sous forme de création de nouvelles surfaces), Stroh trouve que la condition de rupture du monocristal s'exprime sous la forme :

$$(\tau - \tau_{0_c})\sigma_n = \left(\frac{4\gamma_s G}{\pi L}\right) = k\cos(\chi)$$
 (A-II.26)

où σ_n est la contrainte normale exercée sur le plan de glissement/clivage, γ_s est l'énergie de surface du matériau sur ce même plan, τ_{0_c} est la contrainte critique de cisaillement, χ est l'angle formé entre l'axe de traction et le plan de glissement.

La relation A-II.26 implique que la contrainte normale nécessaire à la naissance du clivage diminue tant que la contrainte de cisaillement augmente. Les résultats de Deruyttere et Greenough (1956) et ceux de Gilman (1958) confirment presque la forme de la relation II.8 : ils considèrent la quantité de glissement basal en abscisse et non la contrainte de cisaillement sur ce même plan. Cette approche est plus satisfaisante dès lors que, par le biais de l'écrouissage latent, on peut avoir des contraintes de cisaillement importante sans pour autant n'avoir activer le glissement correspondant. En effet, comme le montre le figure II.13, la contrainte normale à rupture augmente très fortement (i.e. son inverse diminue) lorsque la quantité de cisaillement diminue. Lorsque χ vaut presque 90°, γ^{s} est très proche de 0 ce qui implique une absence de ductilité et un comportement fragile. La contrainte normale monte alors à des valeurs très importantes. Ainsi Gilman a trouvé [Gilman., 1958] des valeurs de contrainte normale à rupture augmente à rupture qui varient de 45MPa pour $\chi = 89°$ à 5MPa pour $\chi = 82°$.



FIG. A-II.13 – Variations de la contrainte normale à la rupture avec l'orientation d'un monocristal de zinc. Résultats de Deruyttere et Greenough ([Deruyttere and Greenough, 1956]) et Gilman; issus de [Gilman, 1954]



FIG. A-II.14 – Modèle 2D de dislocations pour la germination de macles et de fissures ; d'après [Yoo, 1981]

b) Relations entre macles et fissures

En ce qui concerne la germination, les deux phénomènes, maclage et clivage, sont favorisés par les mêmes conditions (concentration de contraintes essentiellement). Le comportement observé est alors propre à chaque matériau ; cependant une analyse basée sur un modèle de dislocations a été réalisée par Yoo dans [Yoo, 1979], et est rapportée dans [Yoo, 1981].

La figure A-II.14 montre une région fortement contrainte dans un solide soumis à un chargement donné. En supposant que les contraintes internes sont homogènes au sein du matériau, Yoo évalue la contrainte nécessaire pour l'avancée de la fissure en mode I (i.e. le cas du clivage dans le plan basal) ainsi que celle nécessaire à la croissance de la macle en mode II. Le ratio des contraintes critiques est alors donné par une expression simple : $\left(\frac{\sigma_t}{\sigma_c}\right) = k\sqrt{\frac{f_t}{f_c}}$, où f_i représente la résistance inélastique totale à la croissance d'un embryon (de macle et de fissure resp.) et k est fonction du chargement et des constantes élastiques du matériau. Si nous pouvons négliger la contribution inélastique des dislocations de macles, on a alors la relation $\left(\frac{f_t}{f_c}\right) \simeq \left(\frac{\Gamma_t}{\Gamma_c}\right)$, où Γ est l'énergie de cohésion du plan considéré. Au regard de $\left(\frac{\Gamma_t}{\Gamma_c}\right)$, le ratio $\left(\frac{c}{a}\right)$ ainsi que le caractère fortement anisotrope des champs élastiques jouent un rôle mineur.

Ce modèle ne prend pas en compte l'écoulement plastique qui a lieu en tête de fissure et de ce fait ne peut être appliqué qu'à des embryons de macles et de fissures et non pas à la croissance d'objets déjà existants.

Yoo rapporte également les travaux de Bilby et Bullough, [Bilby and Bullough, 1953], qui émettent les deux hypothèses suivantes de relaxation de contraintes : émoussement d'une fissure de clivage par la création et la propagation de deux macles de type {1012} en tête de fissure ainsi que la relaxation de contraintes en tête de macle par l'apparition de glissement et/ou de fissures, sachant qu'il est bien souvent plus favorable, d'un point de vue énergétique, de créer du glissement plutôt que des fissures. Ces deux configurations sont résumées sur la figure A-II.15. Enfin, Yoo rapporte le cas observé de déviation d'une fissure de clivage à la traversée d'une macle; la fissure suivant le plan de clivage dans le schéma matrice/macle/matrice, (cela implique une déviation), ou bien la fissure suivant le joint de macle.

On retiendra tout particulièrement le cas où des macles sont émises en tête d'une fissure de clivage car c'est une configuration que l'on retrouvera dans les essais mécaniques biaxiaux réalisés sur les revêtements étudiés. Ces essais sont rapportés dans la partie VI.2.



FIG. A-II.15 – Configurations possibles de relaxation de contraintes faisant intervenir le maclage; d'après [Yoo, 1981]

Annexe -A-III-

Systèmes de glissement et de maclage

Dans cette partie on répertorie les différents systèmes de glissement existant dans le zinc. Afin de faciliter la lecture des tableaux présentant tous les systèmes de glissement et de maclage qui sont donnés aux sections suivantes, on explique dans un premier temps la nomenclature utilisée par Tomé et Kocks, [Tomé and Kocks, 1985], que l'on reprend ici.

A-III.1 Nomenclature des systèmes

Les indexations utilisées dans cette partie sont celle de Miller-Bravais, à quatre indices et celle de la base orthohexagonale, comme cela est indiqué sur la figure II.2 page 29. Chaque sytème de glissement est défini par un couple de lettres majuscules : la première indique le plan sur lequel se produit le glissement, la seconde indique un plan dont l'intersection avec le premier donne la direction de glissement. Les lettres par lesquelles sont référencés les plans sont indiquées sur la figure A-III.1. Le plan basal porte la référence B, les plans prismatiques sont les plans notés E, F et G, les plans pyramidaux π_1 sont les plans O, P, Q, R, S et T, les plans pyramidaux π_2 sont les plans H, I, J, K, L et M.

Le maclage, quant à lui porte la lettre générique Z suivi du plan pyramidal dont l'intersection avec le plan basal (un axe <u>a</u>) est parallèle avec l'intersection du plan de maclage correspondant et du plan basal. Les systèmes de maclage seront ainsi notés ZO, ZP, ZQ, ZR, ZS et ZT.

A-III.2 Systèmes de glissement

Les deux premières colonnes du tableau donnent les normales aux plans de glissement ainsi que les directions de glissement dans le repère de Miller-Bravais. Les colonnes trois et quatre donnent les mêmes indications mais dans le repère orthohexagonal.

Attention, dans ce repère, pour les normales aux plans de glissement, il faut multiplier les deuxièmes indices par $\left(\frac{1}{\sqrt{3}}\right)$ et les troisièmes indices par $\left(\frac{1}{C}\right)$ comme cela est rappelé sur la deuxième ligne du tableau. On procédera

à la même manipulation pour les directions mais avec $(\sqrt{3})$ et (C) resp., (cf. deuxième ligne du tableau A-III.1). Les colonnes \underline{n}_0 et \underline{m}_0 sont les coefficients par lesquels il faut normer les vecteurs \underline{n} et \underline{m} correspondants.

A-III.3 Systèmes de maclage



FIG. A-III.1 – Nomenclature des différents systèmes de glissement

Système	<u>n</u>	<u>m</u>	n_1, n_2, n_3	m_1, m_2, m_3	\underline{n}_0	\underline{m}_0	
	< hkil >	< uvtw >	$1\left(\frac{1}{\sqrt{3}}\right)\left(\frac{1}{C}\right)$	$1\left(\sqrt{3}\right)(C)$			
Basal							
BE	0001	1210	001	110			
BF	0001	$2\overline{110}$	001	200	$\frac{1}{C}$	2	
BG	0001	1120	001	110	-		
Prismatique							
EB	$10\overline{1}0$	$1\overline{2}10$	110	$1\overline{10}$			
FB	0110	$2\overline{110}$	020	200	$\frac{2}{\sqrt{3}}$	2	
GB	1100	$11\overline{2}0$	110	110	V		
Pyramidal π_1							
OE	$10\overline{1}1$	$1\overline{2}10$	111	$1\overline{10}$			
PF	$01\overline{1}1$	$2\overline{110}$	021	200			
QG	1101	1120	111	110			
RE	1011	$1\overline{2}10$	111	110	$\left(\frac{4}{3} + \frac{1}{C^2}\right)^{\frac{1}{2}}$	2	
SF	0111	$2\overline{110}$	$0\overline{2}1$	200			
TG	$1\overline{1}01$	$11\overline{2}0$	111	110			
Pyramidal π_2							
HF	$2\overline{11}2$	2113	202	$20\overline{2}$			
IG	$11\overline{2}2$	1123	132	$11\overline{2}$			
JE	1212	1213	132	112			
KF	2112	$\overline{2}11\overline{3}$	202	202	$\left(4 + \frac{4}{C^2}\right)^{\frac{1}{2}}$	$2(1+C^2)^{\frac{1}{2}}$	
LG	1122	1123	132	112	< - /		
ME	1212	1213	132	112			

 TAB. A-III.1 – Systèmes de glissement dans le zinc

Système	<u>n</u>	<u>m</u>	n_1, n_2, n_3	m_1, m_2, m_3	<u>n</u> 0	\underline{m}_0	
	< hkil >	< uvtw >	$1\left(\frac{1}{\sqrt{3}}\right)\left(\frac{1}{C}\right)$	$1\left(\sqrt{3}\right)(C)$			
Maclage activé par compression							
ZO	1012	1011	112	312			
ZP	0112	0111	022	$02\overline{2}$			
ZQ	1102	$\overline{1}10\overline{1}$	<u>1</u> 12	$\overline{3}1\overline{2}$	$\left(\frac{4}{3} + \frac{4}{C^2}\right)^{\frac{1}{2}}$	$2(3+C^2)^{\frac{1}{2}}$	
ZR	1012	$\overline{1}01\overline{1}$	112	312			
ZS	0112	$0\overline{1}1\overline{1}$	$0\overline{2}2$	022			
ZT	1102	1101	112	312			

 TAB. A-III.2
 – Systèmes de maclage dans le zinc

Annexe -A-IV-

EBSD – Diffraction des Electrons Retrodiffusés

A-IV.1 Principe

Les interactions entre électrons incidents et matière sont de 3 types : production d'électrons rétrodiffusés, production d'électrons secondaires, et production de rayons X. Seuls les électrons rétrodiffusés sont utilisés par la technique EBSD. Ils correspondent à des chocs élastiques et peuvent donc arriver de toutes les directions possibles après plusieurs chocs : ceci constitue le "fond continu". Une grande part de ces électrons vient cependant diffracter selon les plans cristallins en conditions de Bragg, ce qui conduit à la formation de lignes de Kikuchi.

La formation de ces lignes est donc régie par la loi de Bragg : $2d_{hkl}\sin\theta_B = (n)\lambda$. En pratique, n = 1 et λ est calculable grâce à la tension d'accélération qui est de 20 kV selon $\lambda = hc/E = 0.62$. Chaque plan cristallographique va donc engendrer deux cônes paramétrés par l'angle de Bragg θ_B .

En plaçant un écran sensible aux électrons, typiquement en phosphore, il devient possible d'intercepter ces cônes de diffaction. Cette intersection apparaît alors, de façon plus contrastée que le fond continu, sous formes de lignes, car l'écran est assez éloigné de la source. En pratique, seuls sont accessibles les θ_B petits qui correspondent aux plans les plus denses. Ces lignes de Kikuchi sont en réalité des bandes, à cause de la diffusion inélastique et des défauts de réseau (dislocations, distorsions élastiques etc.). L'état de surface est en particulier amené à jouer un rôle important dans la qualité des clichés EBSD obtenus.

A-IV.2 Caractéristiques de l'appareillage utilisé

Les électrons rétrodiffusés sont donc captés par un écran phosphore. Une caméra ultra-sensible permet l'acquisition des lignes; l'image par la suite est traitée par le logiciel OIM [OIM, 1998], qui permet de remonter au calcul des orientations.

Le signal obtenu est faible et peu contrasté : il est donc nécessaire de le traiter. Pour cela, on acquiert le bruit de fond dû au fond continu. Ce bruit est soustrait à l'image moyennée des clichés, puis le contraste est augmenté. Le programme sort alors un paramètre IQ (*Image Quality*) qui représente la qualité du cliché obtenu. Les clichés dont l'IQ est supérieur à 10 (ce dernier variant entre 0 et 100) peuvent être considérés comme bons.

Le logiciel de reconnaissance caractérise par la suite les lignes de Kikuchi par des droites dont il calcule l'équation polaire. Chaque droite est alors représentée par un point (ρ, θ) dans l'espace dit de Hough. Connaissant le centre du cliché dans le MEB ainsi que le type de symétrie du réseau cristallin du matériau étudié, il peut alors tenter de remonter à l'orientation cristalline.

Afin d'obtenir le meilleur signal possible, les conditions d'observation sont les suivantes : tension de 20 kV, tilt de 70°, et ouverture de diaphragme maximum. Pour des échantillons pas trop encombrants, la distance de travail est fixée à 19 mm.

Ces conditions d'utilisation peuvent être changées si les échantillons introduits dans la chambre du MEB sont d'un encombrement trop important. C'est le cas pour les éprouvttes destinées à la traction large et à l'expansion équibiaxale. Dans ce cas, l'angle de tilt n'est plus que de 63° et la distance de travail est de 25mm. Il en résulte une acquisition plus lente (car on a un signal plus faible). En conséquence, on observe un effet d'hystérèse qui se manifeste par des "trainées" dues au balayage du faisceau du MEB. Une illustration de ce phénomène est donnée figure IV.7 (a).

A-IV.3 Traitement de l'information

A partir de l'image traitée dans l'espace de Hough, le programme recherche les indices des directions du repère de l'écran dans le repère du cristal. Un certain nombre de solutions émergent à la suite d'un système de votes. La solution reunissant le plus grand nombre de votes est alors donnée. Elle est caractérisée par un CI, ou indice de confiance, compris entre 0 et 1.

La meilleure orientation en terme de CI est caractérisée par trois angles d'Euler ϕ_1 , Φ , ϕ_2 selon les notations de Bunge. Le repère de référence est celui de l'échantillon. Les angles d'Euler définissent alors 3 rotations successives faisant passer le repère du cristal sur le repère de l'échantillon, comme indiqué sur la figure A-IV.1.



FIG. A-IV.1 – Rotations des angles d'Euler faisant passer du repère du cristal sur le repère de l'échantillon



FIG. A-IV.2 – Triangles standards, en couleurs et en noir et blanc, associés aux cartographies EBSD réalisées sur du zinc (cristallographie hexagonale compacte) dans ce manuscrit
Annexe -A-V-

Identification des modes de déformation

A-V.1 Identification de tous les modes de déformation

La technique EBSD (Electron Back Scattering Diffraction) nous permet de connaître l'orientation cristalline d'une très faible quantité de matière ($\equiv 1 \mu m^3$) et ce sous la forme des angles d'Euler qui sont donnés par rapport au repère macroscopique de l'échantillon. Ces angles définissent une rotation qui permet de passer du repère cristal (χ_1) d'un grain particulier au repère macroscopique (χ) :

$$P_{\chi_1 \to \chi} = \begin{bmatrix} \cos\phi_1 \cos\phi_2 - \sin\phi_1 \sin\phi_2 \cos\Phi & -\cos\phi_1 \sin\phi_2 - \sin\phi_1 \cos\phi_2 \cos\Phi & \sin\phi_1 \sin\Phi \\ \sin\phi_1 \cos\phi_2 + \cos\phi_1 \sin\phi_2 \cos\Phi & -\sin\phi_1 \sin\phi_2 + \cos\phi_1 \cos\phi_2 \cos\Phi & -\cos\phi_1 \sin\Phi \\ \sin\phi_2 \sin\Phi & \cos\phi_2 \sin\Phi & \cos\Phi \end{bmatrix}$$
(A-V.1)

On connait alors la direction normale de l'échantillon exprimée dans le repère microscopique (en utilisant P^{-1}) que l'on note $\underline{n}_{\chi_1}^3$. Les projections des plans de glissement sur la surface de l'échantillon, exprimées dans le repère du cristal, sont alors données par :

$$[uvw]_{\chi_1} = \underline{n}_{\chi_1}^3 \wedge \underline{n}_{\chi_1}^{(hkl)} \tag{A-V.2}$$

On peut alors projeter l'ensemble des plans de glissement et de maclage du grain de zinc étudié sur la surface d'observation. Ces projections constituent un ensemble de directions que l'on peut comparer aux relevés expérimentaux dans le grain analysé.

On obtient alors un jeu de plans dont la projection est plus ou moins éloignée de la mesure expérimentale. Si plusieurs plans ont des projections à moins de 5°, on parle alors d'ambiguïté : l'identification est équivoque. Dans le cas où une seule projection de plan se rapproche de la mesure expérimentale : l'identification est univoque.

Dans le cas du zinc, si ce plan est le plan basal, trois directions peuvent avoir été activées sans que l'on discerne de différence sur la surface de l'échantillon : on a identifié une famille de glissement. Si ce plan est un plan nonbasal : il n'existe qu'une seule direction qui lui est associée. On a identifié un système de glissement. On peut ainsi compter les systèmes actifs : si on compte x fois le glissement basal sans ambiguïté, cela veut dire qu'il a été identifié de façon certaine dans x grains (même si on a plusieurs systèmes basals actifs par trace au sein d'un grain; cette dernière remarque ne s'applique pas au cas des systèmes de glissement non-basals). Voyons un exemple didactique :

Voyons un exemple didactique : imaginons que l'on ait 3 grains : A possède des traces de glissement qui correspondent au plan basal (0001) et ce de façon certaine (on dira sans ambiguïté) ainsi que des traces de glissement proches des projections des plans pyramidaux π_2 (1122) et (1122), B se déforme selon (1122) (π_2), sans ambiguïté et selon (1122) (π_2) ou (1010) (prismatique), avec ambiguïté, et C se déforme selon (1012) (maclage) et (0001) (basal) ou (1010) (prismatique). On dira alors que l'on a 6 modes de déformation pour 3 grains : une macle (soit 100/6=17% des cas, du glissement basal (idem) et du glissement pyramidal π_2 (idem), sans ambiguïté. Restent 50% des cas qui sont ambigüs : parmis ces 50% on a 50% des propositions qui sont du glissement basal.



Une hypothèse majeure de cette méthode est que le plan d'observation des grains est confondu avec le plan (RD, TD) (i.e. de normale ND, normale du repère macroscopique). Cela n'est plus vrai dès qu'il y a rotation matérielle du grain étudié. En particulier, pour les matériaux zinc **massif** et revêtement à petits grains **SKTT**, cette méthode d'identification n'est valable que dans les premiers pourcents de déformation.

Cette méthode s'applique à tous les modes de déformation, glissement comme maclage. Nous allons à présent voir une méthode spécifique au maclage.

A-V.2 Cas du maclage

Le zinc (HCP) est un matériau dont le maclage est un mode de déformation essentiel. Le maclage se traduit cristallographiquement par une rotation de réseau entre la macle et le cristal mère. Cette rotation de réseau de 180° autour des directions de maclage se traduit par une rotation minimale de 90° de l'axe sénaire de la maille hexagonale.

Soient deux orientations obtenues par EBSD. On note ${}^{1}(\phi_{1}, \Phi, \phi_{2})_{\chi}$ et ${}^{2}(\phi_{1}, \Phi, \phi_{2})_{\chi}$ ces orientations exprimées dans le repère macroscopique (χ). A l'aide de ces angles on construit les rotations R_{1} et R_{2} qui permettent de passer respectivement du repère macroscopique au repère du cristal 1 (χ_{1}) et du repère macroscopique au repère du cristal 2 (χ_{2}). D'où on a $(P_{1})_{\chi} = (R_{1}^{T})_{\chi}$ et $(P_{2})_{\chi} = (R_{2}^{T})_{\chi}$, les matrices de passage du repère macroscopique vers les repères cristal 1 et 2 respectivement, exprimées dans le repère macroscopique.

On note symboliquement (χ_3) les repères obtenus en appliquant à la rotation (R_2)_{χ_2} exprimée dans (χ_2) l'ensemble des symétries du cristal. On note ces 24 transformations exprimées dans (χ_2) (C_6M)_{χ_2}¹.

On cherche la rotation $(R_3)_{\chi_1}$ exprimée dans le repère (χ_1) qui permet passer du cristal 1 au cristal 3.

Transportons nos matrices de rotation dans le repère approprié :

$$\begin{cases} (R_1)_{\chi_1} = (P_1)_{\chi} (R_1)_{\chi} (P_1^T)_{\chi} \\ (R_2)_{\chi_1} = (P_1)_{\chi} (R_2)_{\chi} (P_1^T)_{\chi} \\ (C_6 M)_{\chi_1} = (P_1)_{\chi} (P_2^T)_{\chi} (C_6 M)_{\chi_2} (P_2)_{\chi} (P_1^T)_{\chi} \end{cases}$$
(A-V.3)

Soit avec $\underline{R}_3 = \underline{C}_6 . \underline{M} . \underline{R}_2 . \underline{R}_1^T$ on trouve

$$(R_3)_{\chi_1} = (P_1)_{\chi} (P_2^T)_{\chi} (C_6 M)_{\chi_2} (P_2)_{\chi} (R_2)_{\chi} (R_1^T)_{\chi} (P_1^T)_{\chi}$$
(A-V.4)

On compare cette rotation aux rotations de maclage données par la littérature.

¹Ces 24 symétries sont les 6 rotations d'angle $\frac{\pi}{3}$ autour de l'axe sénaire ajoutées aux 6 symétries miroir par rapport aux plans {2110} et {1100}, l'ensemble étant couplé à la symétrie miroir par rapport au plan basal

Exemple

Considérons la cartographie EBSD réalisée sur un échantillon d'acier galvanisé La zone analysée est incluse dans un grain fortement maclé. Les points ont respectivement les angles d'Euler :

La figure de pôles nous invite à vérifier que les points (1,2), (1,3) sont en relation de macle. En appliquant ce qui a été dit dans le paragraphe précédent, on trouve qu'il existe entre les points (i,j), les rotations suivantes :

Couple de points	Axe de rotation (notation à 4 indices)	Angle de rotation	Maclage
(1,2)	0.59 0.34 0.73 (1101)	177.8°	oui
(1,3)	-0.59 -0.34 0.73 (1011)	178.0°	oui

On vérifie de même que les points (2,3) ne sont pas en relation de macle.



Bibliographie

- [Adams and Vreeland, 1968] Adams, K. and Vreeland, T. (1968). Impurity effects on basal dislocation in zinc single crystals. *Trans. Met. Soc. AIME*, 242 :132–139.
- [Bacon and Martin, 1981] Bacon, D. and Martin, J. (1981). The atomic structure of dislocations on H.C.P. metals. *Phil. Mag. A*, 43 :901–09.
- [Barbe, 2000] Barbe, F. (2000). *Etude numérique de la plasticité d'agrégats polycristallins*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Barbe et al., 2001] Barbe, F., Forest, S., Jeulin, D., and Cailletaud, G. (2001). Intergranular and intragranular behavior of polycristalline aggregates. part1 : F.e. model. *Int. J. Plast.*, accepted for publication.
- [Bell and Cahn, 1956] Bell, R. and Cahn, R. (1956). The dynamics of twinning and the interrelation of slip and twinning in zinc crystals. *Proc. Roy. Soc.A*, 239:494–520.
- [Béranger et al., 1994] Béranger, G., Henry, G., and Sanz, G. (1994). Le livre de l'acier. Lavoisier.
- [Bilby and Bullough, 1953] Bilby, B. and Bullough, R. (1953). Phil. Mag., 45:631.
- [Bilby and Crocker, 1965] Bilby, B. and Crocker, A. (1965). The theory of the crystallography of deformation twinning. *Proc. Roy. Soc.*, 288:240–54.
- [Boček and Kaska, 1964] Boček, M. and Kaska, V. (1964). Die orientierungs und temperaturabhangigkeit des verfestigungskurven von zinkkristallen. *Phys. Stat. Sol.*, 4:325–42.
- [Bosin et al., 1996] Bosin, M., Lavrentev, F., and Nikiforenko, V. (1996). Localization of plastic deformation in zinc crystals containing forest dislocations. *Phys. Solid State*, 38 :1972–75.
- [Braisaz, 1996] Braisaz, T. (1996). *Structure atomique des macles dans les métaux à symétries hexagonales*. PhD thesis, Université de Caen.
- [Cailletaud, 1987] Cailletaud, G. (1987). Une approche micromécanique phénoménologique du comportement inélastique des matériaux. Thèse d'état, Paris VI.
- [Chadwick, 1953] Chadwick, R. (1953). The physical properties of zinc at various stages of cold rolling. J. Inst. Met., page 93.
- [Chmelík et al., 1993] Chmelík, F., Trojanová, Z., Lukáč, P., and Převorovský, Z. (1993). Acoustic emission from zinc deformed at room temperature. Part II : The inlfuence of grain size on deformation behaviour and acoustic emission of pure zinc. J. Mat. Sc. Letters, 12:1166–1168.
- [Christian, 1965] Christian, J. (1965). The theory of transformation in metals and alloys. Pergamon Press.
- [Christian and Mahajan, 1995] Christian, J. and Mahajan, S. (1995). Prog. Mater. Sc., 39:1–157.
- [Cottrell and Aytekin, 1960] Cottrell, A. and Aytekin, V. (1960). J. Inst. of Met., 3.
- [Deruyttere and Greenough, 1956] Deruyttere, A. and Greenough, G. (1956). The criterion for the cleavage fracture of zinc single crystals. *J. Institute of Metals*, 84:337.
- [Doublier, 1973] Doublier, M. (1973). *Etude de la déformation plastique du zinc pur et faiblement allié par laminage et torsion*. PhD thesis, Université de Nancy I.
- [Duchaussoy, 1965] Duchaussoy, J. (1965). Le zinc. P.U.F.
- [Dupuy, 1998] Dupuy, T. (1998). La dégradation des électrodes lors du soudage par points des tôles d'acier *zinguées*. PhD thesis, Ecole des Mines de Paris.
- [Edwards and Washburn, 1954] Edwards, E. and Washburn, J. (1954). Strain hardening of latent slip systems in zinc crystals. *Trans. Met. Soc. AIME*, 200:1239–42.

- [Forest et al., 2001] Forest, S., Parisot, R., and Pineau, A. (2001). Material crystal plasticity and deformation twinning. *to be printed in Rendiconti del Seminario Metamitico dell'Universita' e Politecnico di Torino*.
- [Franciosi and Zaoui, 1980] Franciosi, P. and Zaoui, A. (1980). Latent hardening in copper and aluminium single crystals. *Acta mater.*, 28:273–283.
- [Frank, 1965] Frank, F. (1965). Acta. Cryst., 18:862.
- [Friedel, 1956] Friedel, J. (1956). Les dislocations. Gauthier-Villars, Paris.
- [Fundenberger et al., 1997] Fundenberger, J., Philippe, M., Wagner, F., and Esling, C. (1997). Modelling and prediction of mechanical properties for materials with hexagonal symmetry (zinc, titanium and zirconium alloys). *Acta mater*, 45:4041–55.
- [Gilman, 1954] Gilman, J. (1954). Mechanism of ortho kink–band formation in compressed zinc monocrystals. *Trans. Met. Soc. AIME*, 200 :621–29.
- [Gilman., 1958] Gilman., J. (1958). Fracture of zinc-monocrystals and bicrystals. *Trans. Met. Soc. AIME*, 200:783-91.
- [Goodwin, 1990] Goodwin, F. (1990). Mechanisms of corrosion of zinc and zinc-5% aluminium steel sheet coatings. In Krauss, G. and Matlock, D., editors, *Zinc-based steel coating systems : metallurgy and performance*, page 183. P.A. Warrendale, TMS.
- [Gronostajski et al., 1990] Gronostajski, J., Jalaiali, W., and Ghattas, M. (1990). Effect of deformation on the damage to the coatings of sheet steels. *J. Mater. Proc. Tech.*, 23:321–32.
- [Guttmann, 1994] Guttmann, M. (1994). Diffusive phase transformations in hot-dip galvanizing. *Mater. Sc. Forum*, 155:527.
- [Handbook, 1989] Handbook (1989). Handbook of Physics and Chemistry. CSC Press, 70th edition.
- [Handbook, 1994] Handbook (1994). ASM Handbook, volume 5, Surface Engineering. ASM International.
- [Hill, 1950] Hill, R. (1950). The mathematical theory of plasticity. The clarendon Press, Oxford.
- [Howe and Kelley, 1988] Howe, P. and Kelley, S. (1988). A comparison of the resistance spot weldability of bare, hot–dipped, galvannealed and electrogalvanized dqsk sheet steels. Technical report, SAE n ° 880280, P.A. Warrendale.
- [I.Z.A., 2000] I.Z.A. (2000). www.zincworld.org. International Zinc Association.
- [Jacquerie, 1966] Jacquerie, J. (1966). Contribution to the study of plasticity of zinc. C.N.R.M., décembre :51-62.
- [Jaoul, 1965] Jaoul, B. (1965). Etude de la plasticité et application aux métaux. Dunod.
- [Jassby and Jr., 77] Jassby, K. and Jr., T. V. (77). Investigation of pyramidal edge and screw dislocation mobility in zinc by a compressional stress pulse technique. *Mater. Sc. and Eng.*, 27 :1–9.
- [Jordan and Marder, 1997] Jordan, C. and Marder, A. (1997). The effect of substrate grain size on iron-zinc reactions during hot-dip galvanizing. *Met. Mater. Trans.*, 28A :2683.
- [Kalidindi, 1998] Kalidindi, S. (1998). Incorporation of deformation twinning in crystals plasticity models. J. Mech. Phys. Solids, 46:267–90.
- [Karduck et al., 1997] Karduck, P., Wirth, T., and Pries, H. (1997). Characterisation of intermediate layers in hot–dip zinc coated steels. *Fresenius J. Anal. Chem.*, 358:135–140.
- [Kato et al., 2000] Kato, T., Nunome, K., Kaneko, K., and Saka, H. (2000). Formation of the ζ phase at an interface between an Fe substrate and a molten 0,2 mass % Al–Zn during galvannealling. *Acta mater.*, 48 :2257–2262.
- [Ksiazek and Mikulowski, 1992] Ksiazek, M. and Mikulowski, B. (1992). The effect of temperature and deformation path on the properties of Zn and ZnGa0,2 at % monocrystals. *Arch. Metall.*, 37 :445–458.
- [Lavrentev, 1976] Lavrentev, F. (1976). Work hardening of h.c.p. crystals and its relation to dislocation structure. In 4th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, pages 85–89. Laboratoire de physique du solide, E.N.S.M.I.M.
- [Lavrentev and Salita, 1968] Lavrentev, F. and Salita, O. (1968). Fiz. Met. Metalloved., 26:348.
- [Lavrentev et al., 1979] Lavrentev, F., Salita, O., and Shutyaev, P. (1979). Basal dislocations density dependance of the deforming stress in Zn crystals in the temperature range from 1,5 to 300K. In 5th International Conference on the Strenght of Metals and Alloys, Aachen, West Germany, volume 1, pages 157–62.
- [Lavrentev et al., 1968] Lavrentev, F., Salita, O., and Vladimirova, V. (1968). Phys. Status Solidi, 29:569.

- [Lay and Nouet, 1994a] Lay, S. and Nouet, G. (1994a). HREM study of the (0112) twin interface in zinc. *Phil. Mag. A*, 70:261–75.
- [Lay and Nouet, 1994b] Lay, S. and Nouet, G. (1994b). Interaction of slip dislocations with the (0112) twin interface in zinc. *Phil. Mag. A*, 70:1027–44.
- [Lazik et al., 1996] Lazik, S., Esling, C., and Wegria, J. (1996). Cracking in zinc layers on continuous galvanized steel sheets. *Textures and Microstructures*, 23:131–147.
- [Legrand, 1984] Legrand, B. (1984). Phil. Mag. A, 63:1059.
- [Leidheiser and Kim, 1976] Leidheiser, H. and Kim, D. (1976). J. Met., 28:19.
- [Lemaître and Chaboche, 1985] Lemaître, J. and Chaboche, J. (1985). *Mécanique des matériaux solides*. Dunod, Paris.
- [Leprêtre, 1996] Leprêtre, Y. (1996). *Etude des mécanismes réactionnels de la galvanisation*. PhD thesis, Université Paris XI Orsay.
- [Lietzau et al., 1998] Lietzau, J., Philippe, M., Esling, C., Wegria, J., and Dubois, M. (1998). Pre-cracking and cracking of zinc coated steel sheets during deformation. In *Zinc-based steel coating systems*, pages 207–17. Goodwin F.E.
- [Lutts and Wegria, 1967] Lutts, A. and Wegria, J. (1967). Influence of recrystallisation on the rolling texture of low–alloyed zinc. *C.N.R.M.*, 11.
- [Maeda et al., 1996] Maeda, C., Shimomura, J., Fujisawa, H., and Konishi, M. (1996). The structure and deformation behavior of hot-dip galvanized coatings. *Scripta. Met.*, 35:333-38.
- [Mandel, 1973] Mandel, J. (1973). Equations constitutives et directeurs dans les milieux plastiques et viscoplastiques. *Int. J. Solids Structures*, 9:725–740.
- [Marder, 2000] Marder, A. (2000). The metallurgy of zinc-coated steel. Prog. Mater. Sc., 45:191-271.
- [Mareuse and Behm, 1996] Mareuse, D. and Behm, F. (1996). Dégradations mécaniques des revêtements. Technical report, Sollac, CED.
- [Medrano and Gillis, 1991] Medrano, R. and Gillis, P. (1991). Application of analytical techniques to stress relaxation experiments in commercial zinc. *Met. Trans. A*, 22A :2303–2307.
- [Mei and Morris, 1993] Mei, Z. and Morris, J. J. (1993). Cracking of textured zinc coating during forming process. In Krauss, G. and Matlock, D., editors, *Zinc-based steel coating systems, metallurgy and performance*, pages 11–20. TMS.
- [Mikulowski, 1996] Mikulowski, B. (1996). The effect of the prestrain temperature on the hardening of Zn and ZnGa monocrystals on the (0001) < 1120 > system. *Phys. Stat. Sol.* (*a*), 157 :287–92.
- [Mueller and Haessner, 1981] Mueller, H. and Haessner, F. (1981). Influence of grain size and texture on the flow stress of zinc. *Script. Met.*, 15:487–492.
- [Munroe et al., 1997] Munroe, N., Tan, X., and Gu, H. (1997). Orientation dependence of slip and twinning in H.C.P. metals. *Scripta Met.*, 36:1383–86.
- [Naka and Lasalmonie, 1982] Naka, S. and Lasalmonie, A. (1982). Mat Sc. Eng., 56:19.
- [Numakura et al., 1992] Numakura, H., Koiwa, M., Ando, T., and Yoo, M. (1992). Effects of elastic anisotropy on the properties of a+c dislocations in H.C.P. metals. *Met. Trans.*, 33 :1130–37.
- [OIM, 1998] OIM (1998). Orientation Imaging Microscopy User manual 2.6. TexSem laboratories Inc.
- [Orowan, 1954] Orowan, E. (1954). Dislocations in metals. M.H. Cohen (N-Y: Amer. Inst. min. (metall.) Engrs).
- [Pak and Meshii, 1990] Pak, S.-W. and Meshii, M. (1990). Structure-mechanical property relation in zinc electrogalvanized coatings. In *Zinc based steel coating systems*, pages 357–69.
- [Parisot et al., 2000] Parisot, R., Forest, S., Gourgues, A.-F., Pineau, A., and Mareuse, D. (2000). Modelling the mechanical behaviour of multicrystalline zinc coating on a galvanized steel sheet. *Comput. Mater. Sc.*, 19:189– 204.
- [Partridge, 1957] Partridge, P. (1957). The crystallography and deformation modes of hexagonal close–packed metals. *Metal. Rev.*, 12:169–94.
- [Philippe, 1998] Philippe, M. (1998). Formation de texture lors de transformations thermomécaniques de matériaux à symétrie hexagonale. *Revue de métallurgie*, décembre :1491–1499.

- [Pilvin, 1990] Pilvin, P. (1990). Approches multiéchelles pour la prévision du comportement anélastique des métaux. Thèse d'état, Paris VI.
- [Pond, 1986] Pond, R. (1986). On the crystallogrpahy of slip transmission in hexagonal metals. *Scripta Met.*, 20:1291–1295.
- [Price, 1960] Price, P. (1960). Nucleation and growth of twins in dislocation–free zinc crystals. *Proc. Roy. Soc. A*, 260:251–62.
- [Quilici and Cailletaud, 1999] Quilici, S. and Cailletaud, G. (1999). Comp. Mat. Sc., 16:383–90.
- [Rogers and Roberts, 1967] Rogers, D. and Roberts, W. (1967). Plastic anisotropy of titanium and zinc sheet II. Crystallographic approach. *Int. J. Mech. Sci.*, 10:221–229.
- [Shah et al., 1996] Shah, S., Dilewijns, J., and Jones, R. (1996). The structure and deformation behavior of zincrich coatings on steel sheet. *J. Mater. Eng. Perform.*, 5:601–08.
- [Shubnikov and Koptsik, 1974] Shubnikov, A. and Koptsik, V. (1974). *Symmetry in science and art*. D. Harker, Plenum Press.
- [Stahl and Margolin, 1984] Stahl, D. and Margolin, H. (1984). Pyramidal flow stress of single crystal zinc. Acta mater., 32:1817–23.
- [Staroselsky and Anand, 1998] Staroselsky, A. and Anand, L. (1998). Inelastic deformation of polycrystalline face centered cubic materials by slip and twinning. J. Mech. Phys. Solids, 46:671–96.
- [Stevenson, 1985] Stevenson, R. (1985). Formability of galvanized steel-revisited. Technical report, S.A.E. No.850276.
- [Stofel and Wood, 1963] Stofel, E. and Wood, D. (1963). Fracture of zinc single crystals. In *Fracture of solids*, volume 20, pages 521–39. Metal. Soc. Conf.
- [Stroh, 1954] Stroh, A. (1954). Proc. Roy. Soc., 223:404.
- [Stroh, 1958] Stroh, A. (1958). The cleavage of metal single crystals. Phil. Mag., 3 :597-606.
- [Strudel, 2000] Strudel, J. (2000). Private communication.
- [Strutzenberger and Faderl, 1998] Strutzenberger, J. and Faderl, J. (1998). Solidification and spangle formation of hot–dip galvanized zinc coatings. *Metal. Mater. Trans. A*, 29:631–46.
- [Sztwiertnia et al., 1995] Sztwiertnia, K., Mueller, H., and Haessner, F. (1995). Interpretation of flow stress of textured zinc sheet. *Mater. Sci. and Tech.*, 1:380–84.
- [Taylor, 1938] Taylor, G. (1938). Plastic strain in metals. J. Inst. Metals, 62:307-324.
- [Thompson and Millard, 1952] Thompson, N. and Millard, D. (1952). Phil. Mag., 43:603.
- [Tomé and Kocks, 1985] Tomé, C. and Kocks, U. (1985). The yield surface of H.C.P. crystals. Acta mater., 33:603-21.
- [Tomsett and Bevis, 1968] Tomsett, D. and Bevis, M. (1968). The incorporation of basal slip dislocations in $\{10\overline{1}2\}$ twins in zinc crystals. *Phil. Mag.*, 19:129–40.
- [Wagoner, 1984] Wagoner, R. (1984). Strain-rate sensitivity of zinc-sheet. Met. Trans. A, 15A :1265-1271.
- [Yoo, 1979] Yoo, M. (1979). In 5th International Conference on the Strength of Metals and Alloys, Aachen, West Germany, volume 2, pages 825–30.
- [Yoo, 1981] Yoo, M. (1981). Slip, twinning, and fracture in hexagonal close-packed metals. *Met. Trans. A*, 12:409–18.
- [Yoo and Lee, 1991] Yoo, M. and Lee, J. (1991). *phil. Mag. A*, 63:987.
- [Yoo and Wei, 1967] Yoo, M. and Wei, C.-T. (1967). J. Appl. Phys., 38:4317.
- [Zagoruyko and Soldatov, 1990] Zagoruyko, L. and Soldatov, V. (1990). Separate and combined influence of local defects of different kinds on plastic deformation of zinc single crystals. *Phys. Met. Metall.*, 70:192–94.