

Caractérisation du comportement micromécanique de l'acier
inoxydable martensitique UNS S41500 dans l'état
métallurgique brut de trempe

par

Pierre-Antony DESCHÊNES

THÈSE PRÉSENTÉE À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
COMME EXIGENCE PARTIELLE À L'OBTENTION DU DOCTORAT EN
GÉNIE
Ph. D.

MONTREAL, LE 16 JANVIER 2026

ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE
UNIVERSITÉ DU QUÉBEC



Pierre-Antony Deschênes, 2026



Cette licence [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by-nc-nd/4.0/) signifie qu'il est permis de diffuser, d'imprimer ou de sauvegarder sur un autre support une partie ou la totalité de cette œuvre à condition de mentionner l'auteur, que ces utilisations soient faites à des fins non commerciales et que le contenu de l'œuvre n'ait pas été modifié.

PRÉSENTATION DU JURY

CETTE THÈSE A ÉTÉ ÉVALUÉE

PAR UN JURY COMPOSÉ DE :

M. Henri Champlaud, directeur de thèse
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Daniel Paquet, codirecteur de thèse
Comportement et dégradation des actifs à l'Institut de recherche d'Hydro-Québec

M. Jacques Lanteigne, codirecteur de thèse
Comportement et dégradation des actifs à l'Institut de recherche d'Hydro-Québec

Mme Claudiane Ouellet-Plamondon, présidente du jury
Département de génie de la construction à l'École de technologie supérieure

M. Mohammad Jahazi, membre du jury
Département de génie mécanique à l'École de technologie supérieure

M. Aycan Yurtsever, examinateur externe
Institut national de la recherche scientifique

ELLE A FAIT L'OBJET D'UNE SOUTENANCE DEVANT JURY ET PUBLIC

LE 16 DÉCEMBRE 2025

À L'ÉCOLE DE TECHNOLOGIE SUPÉRIEURE

AVANT-PROPOS

Dédiée à mon père, Jean-Hugues Deschênes (1946-2021)

Au début du programme, l'objectif de cette thèse était de modéliser le comportement élastoplastique de la martensite en lattes composant l'acier inoxydable martensitique UNS S41500. Pour ce faire, l'utilisation d'un logiciel maison de plasticité cristalline, généreusement transféré par Dr Pritam Chakraborty et développé en grande partie par Dr Deepu Joseph, devait être utilisé. En revanche, malgré des centaines d'heures à programmer, commenter chaque ligne de code ($> 10k$), implanter des modules matériaux (UMAT) et me familiariser avec cette nouvelle méthode de simulation, j'ai décidé de me concentrer sur l'aspect expérimental du travail. D'ailleurs, certaines équations régissant le développement et l'évolution de la plasticité au niveau des grains (monocristaux) constituant les polycristaux, sont présentées dans le premier article. L'idée était de modéliser le comportement micromécanique de l'acier, au niveau des blocs de martensite, pour obtenir une réponse macroscopique basée sur l'extraction des propriétés micromécanique de l'acier. Motivés par cet aspect, Dr Pritam Chakraborty du Indian Institute of Technology de Kanpur, Dr Daniel Paquet et moi-même, avons tout de même publié un article sur le développement d'une loi constitutive modélisant le comportement des joints de grain (Tiwari et al., 2025).

La décision d'écarter la simulation de la thèse a été prise lorsqu'un comportement, encore débattu dans la littérature et détaillé dans le second article de cette thèse, m'a poussé à étudier davantage le côté métallurgique de l'acier et sa structure cristalline. À l'époque, ne sachant pas de quoi il s'agissait, je ne voyais pas de méthode propre et élégante me permettant d'introduire ce comportement dans une simulation. Ainsi, l'entièreté du travail de développement des éléments finis sera absente de ce document.

This was the demonstration that great endeavors can be conducted successfully by a steadfast mobilization of will, resources and fellowship.

Adapté de James C. Fletcher

REMERCIEMENTS

Merci à ma conjointe, Mariane, de m'avoir supporté pendant toutes ces années, mais surtout dans la dernière année. Finir un doctorat en vitesse avec un nouveau-né c'est demandant. Une grosse partie de ce travail te revient. Merci de comprendre l'intérêt que j'ai envers mon travail et de continuellement m'encourager. Merci à ma famille (J-H, Pauline et Isa) et mes proches de m'avoir supporté tout au long de ma candidature.

Un merci particulier à Henri Champlaud qui m'a suivi pendant ces nombreuses années. Nos rencontres étaient toujours cordiales, plaisantes et parsemées de rires sincères. Merci de m'avoir accordé le temps nécessaire pour compléter ce travail et, surtout, de m'avoir *squeezé* à ta manière vers la fin pour qu'enfin, cette étude se termine sur une note agréable. Tes *Hey!... Salut P-A...* muets suivis d'une période de reconfiguration de micro ou haut-parleurs me faisaient bien rire et m'assuraient que tu n'étais pas encore (trop) découragé de m'avoir comme étudiant. Merci, merci, merci...

Merci à Daniel de m'avoir transmis sa passion de la micromécanique. Grâce à sa détermination de démarrer CarMA, et ensuite MoMA à l'IREQ, j'ai découvert un domaine incroyable qui m'a très certainement motivé à m'engager dans ce doctorat. Nos traditionnelles marches à la *track* et, feu, nos "détours" au distributeur ont agrémenté mon parcours et solidifié notre amitié. Il est grand temps de s'attaquer à l'ouvrage *Introduction to Cosmology* et, si nous avons le courage, *Theory of Dislocations* de Anderson. Merci pour ton support et les efforts que tu as déployés pour mon embauche.

Merci à Jack de m'avoir fait confiance, du début, jusqu'à la fin. Je me souviens encore de notre première discussion au sujet du doctorat. «*Les labs sont là, tu as carte blanche. J'aimerais tout de même que tu te concentres sur la partie gauche du diagramme de Kitagawa...*» Disons que je suis encore en amont, mais ça s'en vient... Merci pour ton temps et ta générosité. Il n'y a jamais de mauvais moments pour rentrer dans ton bureau, prendre un café et discuter de métallurgie.

VIII

Un énorme merci à Carlo. Tu es le pilier technique de l'ensemble des projets de métallurgie à l'IREQ et aussi, de plusieurs aspects de ce travail. Il n'y a pas de problèmes trop complexes pour ton esprit aiguisé et les solutions sont souvent simples et clé en main. Merci d'être resté éveillé jusqu'à 3h00 du matin à McMaster pour chercher des candidats à *Fiber*.

Merci à Laurent. Toujours là pour me remonter le moral et me faire rire. Ta bienveillance et ton calme naturel incitent à la sérénité en ta présence. Merci de m'avoir suivi à McMaster pour usiner des échantillons jusqu'à tard et m'accompagner dans mes délires de Uber Eats. Un merci énorme d'avoir poussé pour mon embauche !

Merci à Mehdi, un étudiant extraordinaire que j'ai eu la chance de co-diriger et qui m'a grandement aidé sur le monstre qu'est le Helios 5 Dual-Beam. Merci à Betty qui m'a aussi grandement aidé pendant notre visite au CCEM.

Merci à Marie-André Ayotte et Alexandre Lapointe qui m'ont aidé dans l'accomplissement des tâches techniques.

Merci à la direction de l'IREQ de m'avoir permis de travailler conjointement sur ce projet, ainsi que sur mes autres occupations de chercheur.

Je remercie les organismes suivants pour leur support financier : Hydro-Québec, CRSNG, Mitacs, CRITM et Finkl Steel.

CARACTÉRISATION DU COMPORTEMENT MICROMÉCANIQUE DE L'ACIER INOXYDABLE MARTENSITIQUE UNS S41500

Pierre-Antony DESCHÊNES

RÉSUMÉ

Cette thèse présente un travail expérimental dont le principal objectif est l'étude du comportement micromécanique de l'acier inoxydable martensitique UNS S41500. 1) L'étude comporte deux objectifs principaux. L'extraction des propriétés mécaniques d'un ensemble de lattes de martensite (bloc de martensite) par essais de microtraction. 2) L'étude du comportement non-linéaire observé à basse charge lors d'une sollicitation quasi-statique en tension sur la nuance brute de trempe.

Cette étude s'inscrit dans la volonté qu'a Hydro-Québec de modéliser le comportement micromécanique des alliages employés dans la fabrication des roues d'eau, notamment le CA6NM. Cette démarche est motivée par les incertitudes entourant les mécanismes d'endommagement par fatigue auxquels ces structures sont soumises en service. Pour répondre à cette problématique, la méthode de la plasticité cristalline par éléments finis (MPCEF) a été retenue comme approche privilégiée. Toutefois, l'application de cette méthode exige une connaissance précise des propriétés mécaniques intrinsèques de l'alliage et de son comportement en déformation. Pour cette étude, le choix de matériau s'est porté sur l'acier UNS S41500, un alliage corroyé ayant la même composition chimique que le CA6NM, mais offrant une propreté inclusionnaire supérieure et l'absence de défauts de coulée.

Les connaissances sur la martensite en lattes observée dans les aciers UNS S41500 et CA6NM sont nombreuses et bien documentées. En revanche, la modélisation de ces microstructures complexes par MPCEF comporte des lacunes au niveau des propriétés micromécaniques utilisées dans les lois constitutives. En effet, la littérature ne propose pas de valeurs mesurées de la contrainte de cisaillement critique résolue (CCCR), ni de la contrainte de cisaillement résolue à la saturation (CCRS) d'un ensemble de lattes de martensite. Les données disponibles proviennent d'extrapolations d'essais contenant des joints de blocs ou calculées à l'aide de méthodes inverses par optimisation.

Depuis 70 ans, une non-linéarité observée à basse charge lors d'une sollicitation en tension dans la martensite brute de trempe fait l'objet d'un débat. Cette non-linéarité, observée dans des microstructures sans austénite reformée, a été attribuée soit à la présence de dislocations mobiles, de contraintes résiduelles à l'échelle de la microstructure (type-II) ou de l'hétérogénéité des propriétés mécaniques de la martensite. Étonnamment, un revenu sous le début de la transformation austénitique (AC1) (500°C, 2h) produit une microstructure sans austénite reformée et dont la courbe de traction est exempte de non-linéarité. Paradoxalement, la même microstructure revenue au-delà de AC1 et contenant de l'austénite reformée favorise le développement de cette non-linéarité. Ainsi, pour être en mesure de découpler le rôle de l'austénite reformée des autres sources précédemment énoncées, la nuance brute de trempe sera utilisée pour étudier le développement de la non-linéarité dans une microstructure

monophasée. De futurs travaux seront proposés pour constater si le même mécanisme explique la non-linéarité en présence d'austénite reformée.

En premier lieu, l'extraction des propriétés micromécaniques de la martensite a été effectuée à partir de microéprouvettes de traction usinées à même la microstructure. Pour ce faire, une caractérisation de la microstructure par électron rétrodiffusés (EBSD) a permis de d'identifier 5 candidats respectant différents critères de dimensionnement et d'orientation cristallographique. De ces 5 candidats, 2 furent choisis dans l'orientation (110), un dans l'orientation (111) et un dans l'orientation (112) dans le but de balayer la majorité du triangle des pôles. Les deux candidats (110) furent choisis pour quantifier la répétabilité des mesures. Les résultats du calcul de la CCCR sur les systèmes de glissement activés $\{110\}$, $\{211\}$ et $\{123\}$ montrent une bonne répétabilité et sont cohérents avec les données extrapolées proposées dans la littérature. La CCCR a été établie à 291 MPa pour l'ensemble des plans avec un écart type de 16 MPa. La CCRS a aussi été mesurée à 364 MPa avec un écart type de 16 MPa également. En revanche, l'éprouvette orientée (111) comprenait un joint de bloc dans son épaisseur. Elle a tout de même permis de constater l'influence significative de la présence d'un joint de bloc en augmentant la CCCR et la CCRS de 29% et de 58% respectivement. Finalement, un effet de non-Schmid semble avoir été observé, mais cette hypothèse n'a pu être confirmée.

L'étude du second objectif a été effectuée à partir d'une série d'éprouvettes de dimensions différentes, allant de l'échelle macrométrique à micrométrique. L'ensemble des éprouvettes fut prélevé du même lot de matériau, après avoir subi une austénitisation à 1050°C pendant une heure. Ce traitement thermique a été choisi dans le but de produire une martensite exempte d'austénite reformée. Le développement de la plasticité a été identifié par la méthode OPRA (*Onset of Plasticity Relaxation Analysis*) durant des essais de traction quasi-statique. Le protocole expérimental a permis d'étudier l'influence de la réduction des contraintes résiduelles de type-II par une réduction significative du volume de l'éprouvette, ainsi que de l'anisotropie des propriétés mécaniques à l'échelle microscopique. Une éprouvette macroscopique, revenue à 500 °C pendant deux heures, a également été testée afin d'évaluer la relaxation des contraintes par une approche différente. Les résultats proposent de façon convaincante que les contraintes résiduelles de type-2 favorisent le développement de la microplasticité à basse charge dans le UNS S41500 à l'état brut de trempe. En effet, il a été démontré que les contraintes résiduelles de type-2 rationalisent la différence entre la CCCR estimée dans une éprouvette macroscopique et celle mesurée expérimentalement dans une éprouvette microscopique en configuration de glissement *in-lath*. Le tenseur des contraintes résiduelles utilisé dans ce travail provient d'un acier Fe-0.27C-2.3Mn-0.1Cr-1.47Si trempé. Le calcul de l'influence des autres mécanismes proposés dans la littérature ne permet pas de justifier leur contribution au développement de la non-linéarité à basse charge.

En sommes, cette thèse a permis d'enrichir les connaissances sur le comportement micromécanique de la martensite en lattes. Premièrement, de nouvelles valeurs de CCCR et de CCRS mesurées directement d'un groupe de latte sont proposées pour alimenter une loi constitutive en MPCEF. Deuxièmement, il est proposé que les contraintes résiduelles de type-II représentent le mécanisme qui favorise le développement de la non-linéarité à basse charge

dans la martensite en lattes brute de trempe. Ce comportement fut observé pour la première fois il y a 70 ans.

Mots clés : Martensite, micromécanique, microtraction, contraintes résiduelles, essais in situ

CHARACTERIZATION OF THE MICROMECHANICAL BEHAVIOUR OF MARTENSITIC STAINLESS STEEL UNS S41500

Pierre-Antony DESCHÊNES

ABSTRACT

This thesis presents an experimental investigation of the micromechanical behavior of martensitic stainless steel UNS S41500. The study addresses two main objectives. 1) The determination of the mechanical properties of a martensitic lath block through micro-tensile testing. 2) The analysis of the nonlinear behavior observed at low load during quasi-static tensile loading of the as-quenched condition.

This research is driven by Hydro-Québec's objective to model the micromechanical behavior of alloys used in the fabrication of water turbine runners, particularly CA6NM. This initiative stems from uncertainties surrounding fatigue damage mechanisms affecting these components in service. To tackle this challenge, the Crystal Plasticity Finite Element Method (CPFEM) has been identified as the preferred modeling approach. However, the successful application of CPFEM requires accurate knowledge of the intrinsic mechanical properties of the alloy and its deformation behavior. UNS S41500 was selected for this study because it is a wrought alloy with the same chemical composition as CA6NM, while offering superior inclusion cleanliness and being free from casting defects, making it an ideal candidate for this investigation.

The morphology of lath martensite in UNS S41500 and CA6NM is well documented. Nevertheless, modeling this complex microstructure using CPFEM reveals significant gaps in the micromechanical properties required for constitutive laws. Specifically, the literature does not provide experimentally measured values for the critical resolved shear stress (CRSS) or the saturation resolved shear stress of a martensitic lath block. Existing data are derived from extrapolation of tests involving block boundaries or from inverse optimization methods.

For the past 70 years, a non-linearity observed at low load during tensile testing of as-quenched martensite has been the subject of debate. This non-linearity, observed in microstructures without reformed austenite, has been attributed to various mechanisms, including the presence of mobile dislocations, residual stresses at the microstructural scale (type II), or heterogeneity in the mechanical properties of martensite. Interestingly, tempering below the onset of the austenitic transformation (AC1) (500 °C, 2 h) produces a microstructure free of reformed austenite and exhibiting a fully linear stress-strain response. Conversely, the same microstructure tempered above AC1, thus containing reformed austenite, promotes the development of this non-linearity. Therefore, to decouple the role of reformed austenite from the previously mentioned sources, the as-quenched condition will be used to investigate the

origin of non-linearity in a single-phase microstructure. Future work will aim to determine whether the same mechanism accounts for non-linearity in the presence of reverted austenite

Consequently, to accurately model the elastoplastic behavior of this alloy using CPFEM, it is essential to determine the micromechanical properties of its microstructure and to identify the mechanism responsible for the observed nonlinearity.

The first objective was addressed by extracting micromechanical properties from micro-tensile specimens machined directly from the microstructure. Electron backscatter diffraction (EBSD) characterization enabled the selection of five candidates meeting dimensional and crystallographic orientation criteria. Two specimens were oriented along (110), one along (111), and one along (112) to cover most of the pole figure triangle. The two (110) specimens were used to assess measurement repeatability. Results for CRSS on activated slip systems $\{110\}$, $\{211\}$, and $\{123\}$ exhibit good repeatability and align with extrapolated literature values. CRSS was established at 291 MPa across all planes with a standard deviation of 16 MPa. Saturation resolved shear stress was measured at 364 MPa with the same standard deviation. The (111)-oriented specimen, containing a block boundary, revealed a significant effect: CRSS and saturation stress increased by 29% and 58%, respectively. Finally, a possible non-Schmid effect was observed, though not confirmed.

The second objective was investigated using specimens of varying dimensions, from macro- to micro-scale, all extracted from the same material batch after austenitization at 1050 °C for one hour. This heat treatment was selected to produce martensite free of reformed austenite, thereby eliminating it as a potential mechanism. Plasticity onset was identified using the Onset of Plasticity Relaxation Analysis (OPRA) method. The experimental protocol examined the influence of reducing type-II residual stresses by significantly decreasing specimen volume, as well as the anisotropy of mechanical properties at the microscale. A macroscopic specimen tempered at 500 °C for two hours was also tested to assess stress relaxation by an alternative approach. Results convincingly demonstrate that type-II residual stresses are the dominant mechanism governing microplasticity at low load in as-quenched UNS S41500. Specifically, these stresses rationalize the discrepancy between CRSS estimated in a macroscopic specimen and that measured experimentally in a microscopic specimen under in-lath slip configuration. The residual stress tensor used in this work originates from quenched Fe-0.27C-2.3Mn-0.1Cr-1.47Si steel. Calculations of other mechanisms proposed in the literature do not support their significant contribution to low-load nonlinearity.

In summary, this thesis advances knowledge of lath martensite micromechanical behavior in two key ways. First, it provides new, directly measured CRSS and saturation stress values for a lath block, enabling improved constitutive modeling in CPFEM. In second, it demonstrates that type-II residual stresses are the primary mechanism driving low-load nonlinearity in as-quenched lath martensite—a phenomenon first observed nearly 70 years ago.

Keywords: Martensite, micromechanic, microtraction, residual stresses, in situ testing.

TABLE DES MATIÈRES

	Page
INTRODUCTION	1
CHAPITRE 1 REVUE DE LA LITTÉRATURE	5
1.1 La simulation du comportement des alliages métalliques par la méthode de la plasticité cristalline par éléments finis (MPCEF)	6
1.1.1 La loi constitutive de la contrainte.....	7
1.1.2 La loi d'écoulement plastique.....	10
1.1.3 Évolution de la résistance au glissement	13
1.1.4 Sommaire des paramètres à mesurer expérimentalement pour modéliser le comportement de la martensite	15
1.2 La martensite en lattes	17
1.2.1 La cinétique de transformation γ - α'	17
1.2.2 La cristallographie de la martensite proposée par le modèle de Kurdjumov-Sachs	21
1.2.3 Caractéristiques des différentes structures retrouvées dans la martensite	24
1.2.3.1 Les lattes	26
1.2.3.2 Les blocs	28
1.2.3.3 Les paquets.....	30
1.3 Le comportement des aciers martensitique en latte sous sollicitation mécanique en tension quasi statique	33
1.4 La simulation de la martensite en lattes par la MPCEF dans la littérature	38
1.5 L'extraction des propriétés mécaniques par essais de microtraction instrumentés	48
1.6 Sommaire de la revue de la littérature	57
CHAPITRE 2 PROBLÉMATIQUE, OBJECTIFS ET MÉTHODOLOGIE	61
2.1 Problématique et objectifs spécifiques.....	61
2.2 Méthodologie	62
2.2.1 Matériau	62
2.2.1.1 Composition chimique de l'acier et traitement thermique.....	64
2.2.2 Premier objectif spécifique : L'extraction des propriétés mécaniques d'un bloc de martensite par essais de microtraction	64
2.2.2.1 Préparation de l'échantillon <i>wedge</i>	65
2.2.2.2 Choix des candidats	67
2.2.2.3 Fabrication des microéchantillons	68
2.2.2.4 Essais mécaniques et mesure des propriétés micromécaniques.	70
2.2.3 Second objectif spécifique : L'étude du comportement non-linéaire observé à basse charge lors d'une sollicitation quasi statique en tension sur la nuance brute de trempe	71
2.2.3.1 Caractérisation mécanique macroscopique.....	72
2.2.3.2 Préparation des échantillons	75

2.2.3.3	La relaxation comme technique de caractérisation du comportement élastoplastique – Méthodologie OPRA modifiée.	76
2.2.3.4	Organisation des essais mécaniques	78

CHAPITRE 3 MICROMECHANICAL PROPERTIES OF LOW-CARBON MARTENSITIC STAINLESS STEEL BY MICROTENSILE EXPERIMENTS79

3.1	Abstract	79
3.2	Introduction	80
3.3	Materials and Method	83
3.3.1	Chemical composition and thermal history	83
3.3.2	Nanoscale microstructure characterization	83
3.3.3	Preparation of a wedge from bulk.....	86
3.3.4	Polishing procedure	87
3.3.5	Choice of microtensile candidate locations	88
3.3.6	Machining of microtensile specimens using Ga-FIB	90
3.3.7	Microtensile testing parameters and measurement of deformation	91
3.4	Results.....	93
3.4.1	Presentation of tensile results.....	93
3.4.2	Estimation of slip resistance s^a	96
3.5	Discussion	98
3.5.1	Intrinsic variability of the slip resistance	98
3.5.2	Size dependence effect on mechanical properties	99
3.5.3	Comparison of CRSS with existing literature.....	101
3.5.4	Crystallographic homogeneity of the ROIs	103
3.6	Conclusion	105

CHAPITRE 4 MULTISCALE CHARACTERIZATION OF GRADUAL YIELDING IN LATH MARTENSITIC STAINLESS STEEL: EVIDENCE OF MICRO RESIDUAL STRESS INFLUENCE107

4.1	Abstract	107
4.2	Introduction	108
4.3	Experimental methods and materials	113
4.3.1	Material SEM observation and chemistry.....	113
4.3.2	Microstructural nuances and specimens' fabrication.....	115
4.3.3	Mechanical testing	117
4.3.4	The Onset of Plasticity via Relaxation Analysis (OPRA)	119
4.4	Results.....	121
4.4.1	Strain rate influence	121
4.4.2	Microplasticity development and mechanical behavior at different scales	123
4.5	Discussion	128
4.5.1	Scale effect: Smaller is stronger	128
4.5.2	Relaxation of type-II residual stresses at microscale.....	129

4.5.3	Heterogeneity of mechanical behavior in lath martensite.....	130
4.5.4	The role of mobile dislocation generated during the γ - α' transformation.....	131
4.5.5	The role of residual stresses inherited from the martensitic transformation	131
4.6	Conclusion	135
DISCUSSION DES RÉSULTATS		137
CONCLUSION		151
RECOMMANDATIONS		155
ANNEXE I	CARACTÉRISTIQUES CRISTALLOGRAPHIQUES DES VARIANTS PROPOSÉS PAR LA THÉORIE K-S	157
ANNEXE II	DESSIN ET DIMENSIONS DU <i>WEDGE</i>	159
ANNEXE III	PROCÉDURE DE POLISSAGE MÉCANIQUE POUR UNE CARACTÉRISATION EBSD	161
ANNEXE IV	RÉSULTATS DES MESURES DE DURETÉ HRC POUR LES NUANCES BRUTE DE TREMPÉ, REVENUE 500 °C (2H) ET REVENUE 620 °C (2H)	163
ANNEXE V	MONTAGE POUR POLISSAGE ÉLECTROLYTIQUE	165
ANNEXE VI	COORDINATES TRANSFORMATION OF A MEASURED RESIDUAL STRESS TENSOR FROM ARCHIE ET AL. WORK	167
ANNEXE VII	PUBLICATIONS PERTINENTES À LA MODÉLISATION DE LA MARTENSITE EN LATTE PENDANT LA THÈSE.....	171
LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES		173

LISTE DES TABLEAUX

	Page
Tableau 1.1	Paramètres matériau à mesurer dans la martensite16
Tableau 1.2	Matrice des paramètres matériaux pour chaque simulation (M1-M4).....45
Tableau 1.3	Sommaire des études portant sur l'extraction des propriétés micromécaniques dans la martensite en lattes par essais de microtraction51
Tableau 2.1	Comparaison des compositions chimiques de Go Carlson, de l'IREQ et de la norme ASTM A240.....64
Tableau 2.2	Présentation des régions d'intérêts sollicitées et de leur orientation en FPI Y68
Tableau 2.3	Synthèse et comparaison des résultats des essais mécaniques menés sur l'ensemble des nuances microstructurales à température ambiante74
Tableau 2.4	Illustration des différentes éprouvettes, leurs dimensions et leur méthode de fabrication.....75
Tableau 2.5	Tableau des différents essais mécaniques réalisés pour répondre à l'objectif spécifique 278
Tableau 3.1	Chemical composition by weight percentages of UNS S41500 stainless steel used in this study in comparison to the standard composition (ASTM, 2012b).....83
Tableau 3.2	Description of the ROIs. Locations, orientations (IPF Y) and dimensions89
Tableau 3.3	Presentation of CRSS for each ROI including orientation, Schmid factor, activated slip systems and stress to saturation.....98
Tableau 3.4	Dislocation multiplication coefficient for various studies on Fe. Adapted from Gilman (1960).....100
Tableau 3.5	Distribution of the KAM within each ROI. The small black lines represent a pixel-to-pixel misorientation greater than 10.53°. The dashed rectangle represents the location of the site 5.....104
Tableau 4.1	Chemical composition (wt %) of the bulk S45100 from which the different samples were made of, compared to ASTM A240 standard.....114

Tableau 4.2	Specimens dimensions and fabrication method. The dimensions are defined as: Length (L), Width (W), Thickness (H) and Diameter (D). ...115
Tableau 4.3	Summary of the slip activity and mechanical properties measured from microtension experiments. Bold Schmid factor represents the active slip system. The dots between brackets represent other slip systems.....126
Tableau 5.1	Sommaire des résultats des essais de microtraction effectués dans le cadre des deux objectifs spécifiques. Nomenclature (Article #1 ou #2, Site X)147

LISTE DES FIGURES

	Page
Figure 1.1	Illustration des vecteurs définissant les plans et directions de glissement dans une maille a) BCC et b) FCC.....10
Figure 1.2	Résultats des essais d'écrouissage latent sur des monocristaux de fer alpha à différents pourcentages de prédéformation. Les bandes noires correspondent aux résultats d'interactions entre systèmes de glissement de nature différente (Ex : A-B) et de même nature (Ex : A-A)15
Figure 1.4	Schématisation d'une transformation <i>line invariant strain</i> . a) Superposition des phases γ et α , b) l'influence de la transformation de Bain sur α et c), l'ajout d'une rotation de corps rigide. On note que c) génère une transformation qui produit une superposition des lignes y et y' . Adaptée de Bhadeshia (2017)18
Figure 1.3	Schématisation de la transformation de Kurdjumov-Sachs. Tirée de Sandoval et al. (2009)19
Figure 1.5	Schématisation de la transformation martensitique phénoménologique. Les lignes tiretées ont été ajoutées pour mettre en évidence les plans de glissement dans l'image <i>Slipped Martensite</i> . Adapté de Bhadeshia (2017)19
Figure 1.6	Observation de l'austénite résiduelle en champ sombre dans un acier Fe-0.2C-1.98Mn. Les fragments d'austénite sont visibles en blanc. Tirée de Morito et al. (2011).....21
Figure 1.7	Observation directe par sectionnement en série de la déviation entre la prédiction du plan invariant proposé par la théorie K-S. Une transformation sur 111 aurait engendrée des angles de 70.53 sur l'ensemble de l'intersection des plans. Tirée de Mosayebi, Deschênes, et al. (2025)22
Figure 1.8	Observation de la microstructure du UNS S41500 au microscope électronique à balayage.....25
Figure 1.9	Schématisation de la microstructure hiérarchique de la martensite à faible teneur en carbone ($0 < \%C < 0.4$). L'hexagone représente le joint de grain austénitique parent. Tirée de Morito et al. (2003)25
Figure 1.10	Observation des lattes de martensite par EBSD et colorées en fonction de l'intensité du KAM. Les flèches blanches mettent en évidence les grosses lattes faiblement désorientées. Tirée de Morsdorf et al. (2015)....27

Figure 1.11	Influence de l'interface de la paire V1-V2 (60°) sur les propriétés micromécaniques de la martensite en lattes. La ligne tiretée blanche met en évidence le joint de bloc dans l'image de gauche. Tirée de Shibata et al. (2010).....	28
Figure 1.12	Observation en 3D de différentes paires de blocs et leurs interfaces par la technique de sectionnement en série. Tirée de Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tôm-Thât, & Bassim (2025).....	29
Figure 1.13	Schématisation de l'orientation des 6 variantes de martensite (V1-V6) formées à partir du même plan parent (111) _γ . Tirée de Kitahara et al. (2006).....	30
Figure 1.14	Métallographie d'un acier martensite à faible teneur en carbone observé au microscope optique. Le tracé en pointillé représente la frontière du grain austénitique parent. Tirée de Morito et al. (2006)	31
Figure 1.15	Caractérisation tridimensionnelle des paquets de martensite et de leur distribution dans un grain austénitique parent. Les cubes comprennent les plans parents (triangles foncés) sur lesquels les blocs ont transformé. Tirée de Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tôm-Thât, Huang, et al. (2025) ..	32
Figure 1.16	a) Comparaison de différentes courbes de traction provenant d'un acier Fe-18Ni-0.001C ayant subi différents traitements thermiques, et b) les microstructures produites pour chaque traitement thermique. Tirée de Takaki et al. (2012).....	33
Figure 1.17	Comparaison des courbes de traction d'un acier 4340 trempé et trempé et revenu. Tirée de Badinier et al. (2015)	36
Figure 1.18	Comportement mécanique en traction d'un acier UNS S41500 doublement revenu et comparé avec différents modèles. La flèche en rouge représente une approximation du point de divergence avec le régime linéaire élastique. Tirée de Turcot et al. (2022).....	37
Figure 1.19	Maillage synthétique en 2D d'une microstructure martensitique produit par une tessellation de Voronoy comprenant des blocs et des paquets de martensite. Tirée de Hatem & Zikry (2009)	38
Figure 1.20	Illustrations des maillages utilisés pour simuler le comportement élastoplastique de la martensite en lattes. Tirée de Maresca et al. (2014b). Les différentes couleurs utilisées mettent en évidence les variantes présentes dans les essais de microtraction effectués par Mine et al. (2013). Les dimensions sont $L_1 = 32.14 \mu\text{m}$, $L_2 = 26.32 \mu\text{m}$, $H = 20 \mu\text{m}$ et $T = 20 \mu\text{m}$. La configuration MP1 est représentée à gauche, et MP2, à droite.....	41

Figure 1.21	Courbes de traction obtenues par MPCEF. La courbe bleue représente l'éprouvette MP1 et la rouge, la MP2.42
Figure 1.22	Confrontation des simulations par MPCEF aux courbes de traction expérimentales produites à partir d'éprouvettes de microtraction. Mise en évidence du comportement anisotrope de la martensite en lattes. Tirée de Kwak et al. (2016).44
Figure 1.23	Illustration des configurations a) <i>In-habit-plane</i> , et b) <i>Out-of-habit-plane slip</i> dans la martensite en lattes. Les plans en mauve représentent les plans parents et les flèches en rouge et vert, les directions de glissement dans la martensite et l'austénite, respectivement Tirée de Kwak et al. (2016).44
Figure 1.24	Représentation de la microstructure sollicitée avec ses conditions frontières (à gauche), b) distribution du nombre d'éléments par blocs, c) type d'éléments utilisés et d), confrontation des résultats de simulation avec un essai de traction. Tirée de Briffod, Shiraiwa, et al. (2023).46
Figure 1.25	Confrontation des résultats de simulations avec (courbe verte et bleu) et sans contraintes résiduelles (courbe rouge) par rapport à la courbe expérimentale en noir. Tirée de Hutchinson et al. (2018).48
Figure 2.1	Observation métallographique de l'acier UNS S41500 du fournisseur Go Carlson dans l'état tel que reçu. L'image de gauche représente la direction longitudinale et celle de droite, la direction transverse. Grossissement de 200X. Attaquées au Vilelas. Courtoisie Carlo Baillargeon63
Figure 2.2	(Gauche) Schématisation du <i>wedge</i> et de la zone caractérisée à la tranche. (Droite) représentation de l'épaisseur du <i>wedge</i> dans une microstructure similaire à celle du UNS S41500. Tirée de Mosayebi, Deschênes, et al. (2025). Les lignes jaunes représentent l'épaisseur approximative du <i>wedge</i> à une distance de 350 microns de la tranche du <i>wedge</i> , et le contour blanc, un bloc de martensite.65
Figure 2.3	Illustration de la découpe du <i>wedge</i> avec un angle d'environ 1.5° à partir d'un bloc prélevé de la microstructure.66
Figure 2.4	Première étape de l'usinage d'une microéprouvette par sonde ionique focalisée au gallium.69
Figure 2.5	Observation d'une éprouvette dans sa forme finale. 1) Le ligament de chargement, 2) la zone d'intérêt et 3), la pointe permettant d'appliquer le chargement. Le point d'entrée de la SIF-Ga lors de l'amincissement. ...70

Figure 2.6	Comparaison des essais de traction effectués dans différentes nuances microstructurales. Acier UNS S41500 testé à température ambiante.	73
Figure 2.7	Vue rapprochée des résultats d'essais de traction présentés à la Figure 2.6. La nomenclature utilisée pour identifier les essais est disponible au Tableau 2.5	73
Figure 2.8	Enregistrement de la contrainte lors du maintien de la déformation sur une éprouvette macroscopique. Les données σ -t sont représentées en bleues et la régression en tireté jaune.	76
Figure 3.1	TEM micrographs, obtained in (a) bright field and (b) dark field conditions of a martensitic steel sample prepared by the Ga-FIB method. Figure 1(c) is the corresponding selected area electron diffraction (SAED) showing the $\langle 111 \rangle$ zone axis of the martensitic phase and the presence of reflections coming from a secondary phase (arrows).	84
Figure 3.2	a) Schematization of the wedge fabrication by EDM cutting, and b) sideview of the wedge.....	86
Figure 3.3	BSE image taken in the SEM showing a mechanically polished wedge without significant damage visible on the surface.	87
Figure 3.4	Low magnification view of a microtensile specimen. The bottom part is the loading arm equipped with the tungsten pin.	88
Figure 3.5	(a) FIB image using BSE imaging of the ROI site 3, (b) SEM image of 1) the full-sized microtensile specimen, 2) the ROI and 3) the tungsten loading pin.	90
Figure 3.6	Schematization of the loading process (where d = displacement, t = time)	92
Figure 3.7	Tensile curves of the different sites represented by the evolution of the first Piola-Kirchhoff stress vs. infinitesimal strain.	93
Figure 3.8	Evolution of the resolved shear stress versus the infinitesimal strain applied to the ROI.	94
Figure 3.9	Presentation of the different sites during plastic accommodation and at the end of the test. The first column represents the sites' IPF Y measured by EBSD, prior to tensile experiment, as well as the slip traces formation highlighted by the transparent black rectangles.....	95
Figure 3.10	Summary of CRSS from the micromechanical testing of martensite laths proposed in the literature and compared to the present work.....	103

Figure 4.1	Schematization of the gradual yielding phenomenon109
Figure 4.2	Microstructure of the air-quenched S41500 observed with a) BSE at 1300X and b), c) with SE at 10 000 X and 24 000X, respectively. Observation made using a ThermoFisher Helios 5 Dualbeam114
Figure 4.3	SEM images of tilted microsamples and their respective EBSD scans. The non-indexed gray forms are the tungsten deposition marks. The brightness of Figure 4.3b) was adjusted to increase the clarity.116
Figure 4.4	Presentation of the K&W tensile modules for a), the milliscale, b), the microscale specimens and c), a close up on the load application section.119
Figure 4.5	Fit example of the air-quenched macro specimen using the quadratic equation. Load step number 11. $\sigma(t) = 0.0018t^2 - 1.9256t + 738.175$, MSE = 0.0047120
Figure 4.6	Comparison of tensile curves produced at different strain rates and scales for the air quenched microstructure. The Young modulus (blue line) was calculated from the elastic region, before the OPRA.....121
Figure 4.7	Macrotension tests performed on the air-quenched and tempered microstructures.....122
Figure 4.8	Distribution of the b parameter during the relaxation test for the air-quenched a) macrotension (circles), b) millitension (squares) c) microtension (diamonds) specimens, and d) the tempered macrotension specimen. The arrows indicate the onset of plastic relaxation. The black and blue color are related to the air-quenched specimens and the red color, to the tempered specimen.124
Figure 4.9	Initial (a-c) and deformed (b-d) microtension specimens. The x's served as fiducial marks to center the images during the test. The yellow ellipse and arrows highlight the location of the deformation zones. The colored dashed forms represent the area used for the stereographic projection.....125
Figure 4.10	Stereographic projections obtained from delimited dashed contours of Site 1 and Site 2. The red lines correspond to 111 and the green line represents the in-lath slip configuration at Site 1, while yellow dots locate the habit plane. The traction direction is defined by the letter T.126
Figure 4.11	Distribution of OPRAs versus the microstructural volume tested for air-quenched (black) and tempered (red) specimens.127

Figure 4.12	Distribution of the residual shear stress on the habit plane in function of ϕ^2133
Figure 5.1	Vue rapprochée du comportement mécanique dans la partie présumée élastique des microéprouvettes testées dans le Chapitre 3.....139
Figure 5.2	Vues du banc d'essai de microtraction sous différents angles. Vue iso (1 ^{re}) et vue de haut (2 ^e). Le lecteur est invité à consulter la Figure 4.4b) et c) qui détaillent l'ensemble du banc. Le schéma en blanc met en évidence l'angle de 60° du <i>wedge</i> permettant de faciliter la caractérisation par EBSD143
Figure 5.3	Présentation d'une microéprouvette avec comme région d'intérêt, une lame mince transparente aux électrons permettant une observation en MEBT pendant une sollicitation mécanique146
Figure 5.4	Comparaison des observations par MEB des sites A1-Site 4 et A2-Site 2 et des intersections de leur système de glissement actif avec la surface de l'échantillon. Les axes des figures du bas ont été adimensionnalisés148

LISTE DES ABRÉVIATIONS, SIGLES ET ACRONYMES

AC1	Austenite Start Temperature
ACC	Approche du composite continu
ASTM	American Society for Testing and Materials
BCC	Body-Centered Cubic
BSE	Backscattered Electron
CCA	Continuous Composite Approach
CCEM	Canadian Centre for Electron Microscopy
CCME	Centre Canadien de Microscopie Électronique
CCR	Contrainte de Cisaillement Résolue
CCCR	Contrainte Critique de Cisaillement Résolue
CEMAS	Center for Electron Microscopy and Analysis
CIN	Corrélation d'Images Numériques
CORETHY	COntraintes RÉsiduelles dans les Turbine Hydraulique
CRéFaRRE	COntraintes RÉsiduelles dans la Fabrication et la Réparation des Roues d'Eau
CRSNG	Conseil de Recherches en Sciences Naturelles et en Génie
CRSS	Critical Resolved Shear Stress
CCRS	Contrainte de Cisaillement Résolue à la Saturation
DGN	Dislocations Géométriquement Nécessaires
DRX	Diffraction des Rayon-X
EBSD	Electron BackScattered Diffraction
EDM	Electrical Discharge Machining
ERP	Écoulement par Relaxation Plastique

XXX

FCC	Face-Centered Cubic
FEM	Finite Element Method
FIB	Focused Ion Beam
FPI	Figure de Pole Inverse
FWHM	Full Width at Half Maximum
G-T	Greninger-Troiano
GDS	Glow Discharge Spectrometry
GND	Geometrically Necessary Dislocations
GNDD	Geometrically Necessary Dislocations Density
GROD	Grain Reference Orientation Deviation
HRC	Hardness Rockwell C
HSS	High Speed Steel
ICME	Integrated Computational Materials Engineering
ILS	Invariant Line Strain
IPF	Inverse Pole Figure
IPS	Invariant Plane Strain
IREQ Québec)	Institut de Recherche d'Hydro-Québec (Institut de Recherche en Électricité du Québec)
K&W	Kammrath & Weiss
K-S	Kurdjumov-Sachs
KAM	Kernal Average Misorientation
MACIF	Métallurgie, Analyse, Cavitation, Inspection et Fatigue
MEB	Microscope Électronique à Balayage

MEBT	Microscope Électronique à Balayage en Transmission
MET	Microscopie à Transmission
MoMA	Modélisation Micromécanique des Aciers
MPCEF	Méthode de Plasticité Cristalline par Éléments Finis
MSE	Mean Squared Error
MTSL	MicroTesting Solution LLC
N-W	Nishiyama-Wasserman
OPR	Onset of Plasticity Relaxation
OPRA	Onset of Plasticity Relaxation Analysis
OR	Orientation Relationship
P-K	Piola-Kirchhoff
PAG	Pre-Austenite Grain
PAGB	Pre-Austenite Grain Boundary
PFIB-Xe	Xenon Plasma Focused Ion Beam
PID	Proportional–Integral–Derivative
PréDDIT	Prédiction de la Dégradation et Diagnostic Intégré des Turbines
PTMT	Phenomenological Theory of Martensitic Transformation
R-D	Recherche et Développement
RO	Relation d’Orientation
ROI	Region Of Interest
SAED	Selected Area Electron Diffraction
SE	Secondary Electrons
SEM	Scanning Electron Microscopy

SIF	Sonde Ionique Focalisée
TEM	Transmission Electron Microscopy
THAUR	Turbine Hydraulique Adaptée à leur Utilisation Réelle
TRIP	TRansformation Induced Plasticity
UDE	Usinage par Décharge Électrique
UMAT	User-defined MATerial
UNS	Unified Numbering System
UTS	Ultimate Tensile Strength
XRD	X-Ray Diffraction

LISTE DES SYMBOLES ET UNITÉS DE MESURE

UNITÉS DE BASE

m	mètre (unité de longueur)
s	seconde (unité de temps)
A	ampère (unité d'intensité de courant électrique)
K	kelvin (unité de température)
Aire	
m ²	mètre carré
mm ²	millimètre carré
um ²	micron carré
Volume	
um ³	micron cube

UNITÉS GÉOMÉTRIQUES

Longueur

Å	Ångström (10 ⁻¹⁰ m)
mm	millimètre (10 ⁻³ m)
nm	nanomètre (10 ⁻⁹ m)
um	micromètre (10 ⁻⁶ m)

UNITÉS MÉCANIQUES

Vitesse

m/s	mètre par seconde
nm/s	nanomètre par seconde

Angle Plan

rad	radian
°	degré

UNITÉS DE TEMPS

s	seconde
min	minute
h	heure

Puissance

MW	mégawatt
----	----------

Contrainte, pression

MPa	mégapascal
-----	------------

Force

N	newton
---	--------

Différence de potentiel

Force électromotrice

V	volt
kV	kilovolt

UNITÉS ÉLECTRIQUE ET MAGNÉTIQUE

Intensité de courant électrique

A	ampère
nA	nanoampère

UNITÉS CALORIQUES

K	kelvin
°C	degré celsius

UNITÉ DE QUANTITÉ DE MATIÈRE

wt%	Masse pondérée
-----	----------------

SYMBOLES

Scaires

a, b, c	Paramètres d'une équation quadratique
a_{Fe}	Distance interatomique du fer pur
b	La norme du vecteur de Burger dans la structure étudiée
b_I	Taux de variation de l'écrouissage initial
g_{im}	Paramètre d'immobilisation des dislocations mobiles
g_{minter}	Paramètre relié au piégeage des dislocations
g_{sour}	Paramètre d'augmentation de la densité de dislocation
g_{recov}	Paramètre de réarrangement ou d'annihilation des dislocations immobiles
h_0	Taux de variation d'autoécrouissage initial
h_I	Taux de variation de l'écrouissage asymptotique
h	Taux de variation d'autoécrouissage
k	Constante de Boltzmann
$\bar{l}^\alpha$	Parcours moyen d'une dislocation sur le système α
q_I	Coefficient d'écrouissage latent
m	Facteur de Schmid
m	Exposant matériaux
m	Coefficient de réplication des dislocations
nss	Nombre de systèmes de glissement
$s^\alpha, \tau_{ref}^\alpha$	Résistance à la scission
$\dot{s}^\alpha$	Taux de variation de la résistance à la scission
s_s^α	Contrainte de cisaillement résolue à la saturation
sgn	Opérateur signe (+ ou -)
$\bar{v}, v$	Vitesse moyenne des dislocations mobiles
G	Module de cisaillement
H	Enthalpie d'activation du mouvement des dislocations
L-T-S	Direction de sollicitation (Parallèle, Transverse ou Normale au laminage)
L, W, D, H, T	<i>Length, Width, Diameter, Height, Thickness</i>
M	Coefficient de multiplication des dislocations
M	Facteur de Taylor
M_s	Température du début de la transformation martensitique
$\dot{N}$	Taux de réplication linéaire des dislocations
N	Densité linéaire de dislocations
T	Température
α'	Martensite
α, β, ζ	Système de glissement
$\dot{\epsilon}$	Taux de déformation infinitésimale
ϵ	Déformation infinitésimale
θ_0	Température initiale
θ	Température
$\theta_{déso}$	Angle de désorientation
ϕ_1, θ, ϕ_2	Angles d'Euler (Φ_1 , Θ , Φ_2)

γ	Austénite
$\dot{\gamma}_0, \dot{\gamma}_{ref}^\alpha$	Taux de déformation par cisaillement de référence
$\dot{\gamma}$	Taux de déformation par cisaillement
ρ	Densité de dislocations
$\rho_{immo.}$	Densité de dislocations immobiles
ρ_m	Densité de dislocations mobiles
$\tau^\alpha, \tau_y^\alpha$	Contrainte de cisaillement résolue sur le système α
τ_I	Augmentation de la résistance à la scission
τ_0^{in}	Contrainte de cisaillement critique résolue en configuration <i>in-lath slip</i>
τ_0^{out}	Contrainte de cisaillement critique résolue en configuration <i>out-of-lath slip</i>
τ^*	Contrainte de cisaillement critique résolue mesurée en configuration <i>in-lath</i>
τ_{crit}	Contrainte de cisaillement critique calculée pour l'éprouvette macroscopique
$\tau_{R.S}$	Contrainte de cisaillement résiduelle résolue sur le plan parent
σ	Contrainte de Cauchy
σ	Écart-type

Tenseurs

Ordre 1

$\mathbf{m}_0$	Vecteur unitaire de la direction de glissement
$\mathbf{n}_0$	Vecteur unitaire normal au plan de glissement
$\mathbf{r}$	Vecteur unitaire de l'axe de rotation d'une désorientation

Ordre 2

$h_{\alpha\beta}, a_\xi$	Tenseur d'interaction des systèmes de glissement
$\mathbb{C}^v$	Tenseur de rigidité (notation de Voigt)
$\mathbf{A}$	Tenseur de dilation thermique anisotrope
$\mathbf{A}$	Tenseur de l'arrangement cristallin austénitique
$\mathbf{B}$	Tenseur de transformation de Bain (dilatation)
$\mathbf{E}^e$	Tenseur des déformations de Green
$\mathbf{E}^{eC}$	Tenseur des déformations de Green dans le cristal
$\mathbf{F}$	Tenseur du gradient des déformations
$\mathbf{F}^e$	Tenseur du gradient des déformations élastiques
$\mathbf{F}^p$	Tenseur du gradient des déformations plastiques
$\mathbf{I}$	Tenseur identité
$\mathbf{M}$	Tenseur de l'arrangement cristallin martensitique
$\mathbf{P}$	Tenseur de transformation par cisaillement
$\mathbf{Q}$	Tenseur de transformation des coordonnées
$\mathbf{R}$	Tenseur de rotation
$\mathbf{S}$	Tenseur de transformation de forme (<i>Shape strain</i>)
$\mathbf{S}_0$	Tenseur de Schmid
$\mathbf{T}$	Tenseur de transformation martensitique
$\mathbf{T}^*$	Tenseur de la deuxième contrainte de Piola-Kirchhoff

$\mathbf{T}^{*C}$	Tenseur de la deuxième contrainte de Piola-Kirchhoff dans le cristal
$\mathbf{\Omega}$	Tenseur de rotation équivalente
Ordre 4	
$\mathbb{C}$	Tenseur de rigidité

INTRODUCTION

Depuis son identification par les Grecs et sa mise en forme par les forgerons du Moyen Âge, l'acier, un alliage de fer et de carbone, s'est imposé au point qu'une terminologie technique dédiée a été nécessaire pour le distinguer de la métallurgie générale : la sidérurgie (Eluerd, 1993). Il se décline en de multiples formes (lingots, barres, plaques, etc.) et familles (non allié, allié, faiblement allié, fortement allié). Sa composition chimique et ses procédés de mise en forme conditionnent fortement ses propriétés mécaniques, qui sont déterminantes dans la plupart de ses usages industriels, des applications courantes jusqu'aux composants critiques d'engins spatiaux. Malgré des siècles de recherche, les structures en acier soumises à des sollicitations répétées ou cycliques s'endommagent en service et peuvent, à l'occasion, défaillir brutalement. La majorité de ces défaillances est liée à la fatigue et sont en principe prévisibles. À titre indicatif, le Department of Commerce des États-Unis évaluait en 1983 le coût annuel associé à la fatigue des matériaux à environ 120 milliards USD, dont un tiers aurait pu être évité par des programmes ciblés de R-D et un autre tiers par des avancées majeures en science de la fatigue (Dowling, 2012).

Depuis plusieurs années, l'Institut de recherche d'Hydro-Québec (IREQ) contribue activement à l'effort collectif d'enrichissement des connaissances en fatigue des matériaux. De nombreux projets ont porté sur la fissuration des turbines hydrauliques : citons notamment CoReTHy, CReFaRRE, PréDDIT, THAUR, MoMA et MACIF avec pour objectif commun d'améliorer la compréhension de la fatigue des matériaux constitutifs des roues d'eau. À l'IREQ, un effort significatif a été déployé sur le grade UNS S41500, la version corroyée de l'acier inoxydable martensitique coulé CA6NM, en raison de ses hautes propriétés mécaniques, sa bonne résistance à la cavitation et à la corrosion, ainsi qu'une bonne résistance à l'initiation et à la propagation de fissures. C'est d'ailleurs pour ces raisons qu'Hydro-Québec l'a choisi pour la fabrication de ses roues d'eau.

Au Québec, ce matériau occupe une place centrale dans la production hydroélectrique : sur un parc totalisant environ 37 200 MW en 2025 (Hydro-Québec, 2025), plus du tiers (34.6%) des

turbines sont fabriquées en CA6NM. Cette proportion devrait croître avec le programme de réfection des anciennes roues. À brève échéance, une part substantielle de la production dépendra donc de la tenue mécanique de cet acier inoxydable, ce qui justifie la poursuite d'efforts de recherche sur ce matériau critique pour l'avenir énergétique du Québec.

Parallèlement à l'augmentation des besoins énergétiques, les techniques de caractérisation, d'essai et de simulation progressent rapidement et permettent d'explorer des échelles autrefois peu accessibles. Parmi elles, la méthode de plasticité cristalline par éléments finis (MPCEF), dont le cadre théorique a émergé à la fin des années 1980 et au début des années 1990, permet de relier le comportement macroscopique d'un polycristal aux propriétés mécaniques de ses grains. Désormais largement utilisée dans la communauté et disponible dans des environnements commerciaux (ABAQUS, ANSYS) ou open source (DAMASK, MOOSE), cette approche constitue la voie privilégiée d'Hydro-Québec pour approfondir l'étude du comportement mécanique des matériaux. Pour ce faire, les propriétés micromécaniques de la martensite doivent être mesurées avec précision ; elles serviront d'intrants aux modèles MPCEF pour simuler la réponse de l'alliage sous diverses sollicitations. Comme le résumait McDowell et Dunne « Effective usage of microstructure-sensitive models requires the development of protocols for the extraction of relevant microstructure statistics. Only then may simulations be carried out to provide useful information... » (McDowell & Dunne, 2010). Cette citation résume en quelques mots l'importance du travail expérimental de cette thèse vers l'atteinte de simulations représentatives des mécanismes d'endommagement des roues d'eau du parc d'Hydro-Québec.

Le Chapitre 1 débute par une introduction générale à la modélisation des alliages polycristallins par la MPCEF. Cette sous-section permet de se familiariser à la technique et d'identifier les paramètres importants à mesurer pour alimenter une loi constitutive en plasticité cristalline. Par la suite, la cinétique de transformation γ - α' et la cristallographie de la martensite en lattes sont abordées dans le but d'identifier la sous-structure la plus propice aux essais mécaniques. Une introduction au comportement mécanique sous sollicitation mécanique en tension est faite, ainsi que les efforts de modélisation en MPCEF. Finalement, l'ensemble des travaux de

mesures des propriétés micromécaniques par essais de microtraction est revu pour s'approprier la méthode et identifier les lacunes de la littérature.

Le Chapitre 2 présente la problématique, les objectifs spécifiques et la méthodologie de recherche adoptée. Certains résultats de traction et de caractérisation du UNS S41500 y sont présentés. Les chapitres suivants rassemblent les articles scientifiques publiés ou soumis qui constituent le corps principal de la thèse.

Le Chapitre 3 détaille la première contribution : une méthodologie expérimentale pour mesurer les propriétés micromécaniques par essais de microtraction. La chaîne de fabrication des éprouvettes (du *bulk* à la microéprouvette) et les équipements utilisés y sont décrits. Les régions d'intérêt (ROI), identifiées à partir d'un échantillon d'acier similaire à celui utilisé dans la fabrication des turbines, sont sélectionnées par la méthode de diffraction des électrons rétrodiffusés (EBSD). La contrainte de cisaillement critique résolue (CCCR) et la contrainte de cisaillement résolue à la saturation des blocs de martensite sont calculées à partir des facteurs de Schmid des systèmes de glissement activés durant l'essai. Ces derniers sont identifiés par l'analyse des traces de glissement produites à la surface au cours de l'essai. Les résultats sont ensuite comparés aux données de la littérature dans le but de valider les données et la méthode d'extraction.

Le Chapitre 4 présente la seconde contribution de ce travail : une étude expérimentale dédiée à l'analyse du développement de la microplasticité à faible charge lors d'essais de traction sur la martensite brute de trempe. Cette microplasticité se manifeste sous de faibles niveaux de contrainte (< 150 MPa) et induit une non-linéarité dans la portion généralement considérée comme élastique de la courbe contrainte-déformation des aciers martensitiques. L'intérêt de cette investigation réside dans la présence de cette même non-linéarité dans la courbe de traction de la nuance microstructurale employée pour la fabrication des roues d'eau. Cette nuance est obtenue par un revenu à $605\text{ }^{\circ}\text{C}$ pendant au moins six heures (IEC, 2026), favorisant la formation d'environ 15 % d'austénite reformée lorsque le refroidissement est lent. La modélisation précise du comportement mécanique de l'acier CA6NM requiert l'identification

des mécanismes responsables de cette microplasticité, en présence et en absence d'austénite reformée. Pour répondre à cet objectif, un protocole expérimental multiéchelle a été conçu, mobilisant des éprouvettes de dimensions variées. Trois échelles ont été considérées : des éprouvettes macroscopiques conformes à la norme ASTM E8 (diam. 3/8"), des éprouvettes millimétriques (section 4 mm²) et des éprouvettes micrométriques (section $\approx 250 \mu\text{m}^2$). Cette approche vise à atténuer la contribution des contraintes résiduelles de type-II induites par la transformation martensitique, grâce à une réduction significative du volume des éprouvettes. Les résultats obtenus sont comparés à ceux d'une éprouvette macroscopique ayant subi un revenu à 500 °C pendant deux heures, afin d'évaluer l'effet d'une technique alternative de relaxation des contraintes. Cette comparaison révèle que la limite d'élasticité mesurée à l'échelle microscopique est similaire avec celle observée à l'échelle macroscopique après revenu à 500 °C. En outre, le calcul du cisaillement résiduel résolu issu de la transformation martensitique permet de rationaliser l'écart entre la CCCR estimée pour l'éprouvette macroscopique et celle mesurée sur l'éprouvette microscopique. En conclusion, cette étude met en évidence que les contraintes résiduelles de type-II constituent le mécanisme prépondérant favorisant le développement de la microplasticité dans la nuance brute de trempe.

Le document se conclut par une discussion des résultats, une conclusion et des recommandations visant à guider Hydro-Québec dans ses choix liés à la gestion de l'endommagement par fatigue des turbines hydrauliques.

CHAPITRE 1

REVUE DE LA LITTÉRATURE

Cette revue de la littérature synthétise les connaissances actuelles de trois thèmes pertinents à l'étude du comportement micromécanique d'un acier martensitique en lattes. La microstructure de l'acier CA6NM partage cette même morphologie.

La première sous-section présente le cadre théorique de la Méthode de la Plasticité Cristalline par Éléments Finis (MPCEF). Cette sous-section a comme objectif d'initier le lecteur à la modélisation micromécanique et permet, du même coup, d'identifier les propriétés mécaniques de la martensite à extraire pour simuler son comportement a posteriori.

La seconde sous-section traite de la métallurgie de la martensite en lattes, comprenant la cinétique de transformation γ - α' , la cristallographie et sa morphologie. Ces thèmes serviront à identifier la structure la plus propice à la mesure des propriétés micromécaniques de la martensite. Certains aspects clés de la transformation y sont aussi abordés, tels que la présence de contraintes résiduelles de type-II, ainsi que les taux d'austénite résiduelle attendus pour différentes nuances microstructurales. Finalement, cette section permet de mieux comprendre l'ordre dans l'apparente complexité de la microstructure martensitique.

La troisième sous-section aborde l'extraction des propriétés micromécaniques par essais instrumentés. La revue est principalement consacrée à la microtraction, bien que certains travaux privilégiant d'autres techniques, telles que les micropiliers et la microflexion, ont été intégrés vu leur pertinence dans le domaine.

Enfin, la revue se termine par un sommaire qui met en évidence les points clés permettant de répondre aux objectifs spécifiques de recherche.

1.1 La simulation du comportement des alliages métalliques par la méthode de la plasticité cristalline par éléments finis (MPCEF)

La modélisation du comportement mécanique des alliages métalliques par la MPCEF permet de résoudre les équations d'équilibres et de compatibilité de déplacement par la méthode des éléments finis en utilisant la forme faible du travail virtuel. Les développements du travail virtuel à partir de la première et seconde loi de la thermodynamique ainsi que l'aspect de discrétisation ne seront pas détaillés dans ce document. Le lecteur intéressé par la théorie des éléments finis peut retrouver ces développements dans des ouvrages de référence écrits par des auteurs tels que Zienkiewicz (Zienkiewicz, 2000), Cook (Cook, 2001), ou spécifique à la MPCEF, Gurtin et Anand (Gurtin, 2012).

La MPCEF se démarque des autres méthodes de résolution numérique des milieux continus par le fait qu'elle incorpore les acquis des travaux expérimentaux effectués sur des monocristaux et formalise ces travaux dans le cadre de la méthode des éléments finis (Roters, 2010). Un exemple frappant est le développement naturel de *back stress*, non pas de façon *ad hoc* mais par la modélisation du comportement des dislocations géométriquement nécessaires (DGN) qui se butent aux joints de grains d'un alliage polycristallin (Dai, 1997). Il devient alors possible de simuler le comportement de l'ensemble des grains d'une microstructure, tous soumis à des conditions frontières imposées par les grains voisins, ainsi que les phénomènes internes, tels que les forces de volume (accélération, magnétisme, etc.), d'expansion thermique ou, par exemple, l'effet TRIP (Xie et al., 2025).

Avant de présenter les différentes lois de comportement utilisées pour parvenir à simuler le comportement macroscopique d'un alliage polycristallin, les relations entre les gradients de déformation et le calcul des contraintes seront introduites. La formulation privilégiée en MPCEF est celle de Lagrange puisqu'elle simplifie le calcul de la contrainte en grandes déformations. Ce formalisme s'utilise aussi dans le cas des petites déformations où la formulation de Cauchy est largement utilisée.

Les prochaines sous-sections sont des adaptations de la thèse de Srihari Balasubramanian (Balasubramanian, 1998) et proviennent en grande majorité des travaux de Bronkhorst, Kalidindi et Anand (Bronkhorst, 1997; Kalidindi & Anand, 1994; Kalidindi et al., 1992).

1.1.1 La loi constitutive de la contrainte

Le calcul de la contrainte débute par la décomposition du tenseur du gradient de déformation, $\mathbf{F}$, en ses parties élastique et plastique comme :

$$\mathbf{F} = \mathbf{F}^e \mathbf{F}^p \quad (1.1)$$

$$\mathbf{F}^e = \mathbf{F} \mathbf{F}^{p-l} \quad (1.2)$$

Le tenseur des déformations de Green, $\mathbf{E}^e$, est ensuite calculé par la relation :

$$\mathbf{E}^e = \frac{1}{2} \{ \mathbf{F}^{eT} \mathbf{F}^e - \mathbf{I} \} \quad (1.3)$$

Avec $\mathbf{I}$, le tenseur identité.

La seconde contrainte de Piola-Kirchhoff, équivalente à la contrainte de Cauchy en petite déformation, se calcule comme suit :

$$\mathbf{T}^* = \mathbb{C}[\mathbf{E}^e - \mathbf{A}(\theta - \theta_0)] \quad (1.4)$$

où $\mathbb{C}$ représente le tenseur de rigidité d'ordre 4, $\mathbf{A}$ définit le tenseur d'expansion thermique anisotrope et θ et θ_0 , les températures actuelle et initiale, respectivement.

À présent, les seules variables dépendantes du matériau sont le tenseur d'élasticité $\mathbb{C}$ et le tenseur d'expansion thermique $\mathbf{A}$. Puisque l'objectif de la thèse est de caractériser le comportement élastoplastique d'un alliage majoritairement constitué de fer sollicité à température ambiante, les constantes élastiques du fer peuvent être utilisées dans une

simulation MPCEF. C'est d'ailleurs ce que la littérature propose (Briffod, Shiraiwa, et al., 2023). Dans la notation de Voigt, le tenseur d'élasticité du fer, $\mathbb{C}^v$, s'écrit comme :

$$\mathbb{C}^v = \begin{bmatrix} 237 & 141 & 141 & 0 & 0 & 0 \\ 141 & 237 & 141 & 0 & 0 & 0 \\ 141 & 141 & 237 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 116 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 116 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & 116 \end{bmatrix} [\text{GPa}] \quad (1.5)$$

Pour être en mesure de calculer la contrainte aux points d'intégration de Gauss appartenant à un grain d'orientation quelconque, le tenseur de rigidité doit être transformé en accord avec cette orientation. Cette transformation s'effectue à partir d'une matrice de rotation, $\mathbf{\Omega}$, calculée à partir du produit matriciel de trois matrices. Ces dernières sont calculées à partir des trois angles d'Euler, comme :

$$\mathbf{\Omega} = \mathbf{R}_{\phi 2} \mathbf{R}_{\theta} \mathbf{R}_{\phi 1} \quad (1.6)$$

Ces rotations sont définies par les matrices suivantes :

$$\mathbf{R}_{\phi 1} = \begin{bmatrix} \cos \phi 1 & \sin \phi 1 & 0 \\ -\sin \phi 1 & \cos \phi 1 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (1.7)$$

$$\mathbf{R}_{\theta} = \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 \\ 0 & \cos \theta & \sin \theta \\ 0 & -\sin \theta & \cos \theta \end{bmatrix} \quad (1.8)$$

$$\mathbf{R}_{\phi 2} = \begin{bmatrix} \cos \phi 2 & \sin \phi 2 & 0 \\ -\sin \phi 2 & \cos \phi 2 & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (1.9)$$

En microscopie, la convention utilisée pour définir l'orientation du réseau à partir de la technique de diffraction d'électrons rétrodiffusés, en anglais *Electron Backscatter Diffraction* (EBSD), est la convention de Bunge (Britton et al., 2016). Noter que le terme EBSD sera utilisé

pour le reste du document. Cette convention produit des matrices qui sont équivalentes aux transposées des matrices de rotation calculées à partir des cosinus directeurs. Conséquemment, le tenseur $\mathbf{\Omega}$ est équivalent à $\mathbf{Q}$, un tenseur de transformation des coordonnées. Il est possible de s'en convaincre en utilisant l'identité suivante, $\mathbf{Q}\mathbf{Q}^{-1} = \mathbf{I}$. Pour un angle de ϕ autour de l'axe z, on aura :

$$\mathbf{Q} = \mathbf{R}_{\phi_Bunge} = \begin{bmatrix} \cos \phi & \sin \phi & 0 \\ -\sin \phi & \cos \phi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (1.10)$$

$$\mathbf{Q}^T = \mathbf{R}_{\phi_Cos} = \begin{bmatrix} \cos \phi & -\sin \phi & 0 \\ \sin \phi & \cos \phi & 0 \\ 0 & 0 & 1 \end{bmatrix} \quad (1.11)$$

Pour les matrices orthogonales, $\mathbf{Q}^{-1} = \mathbf{Q}^T$. Le produit matriciel de ces deux tenseurs donne bien $\mathbf{I}$, puisque $\cos^2 \phi + \sin^2 \phi = 1$. *Il est important de se rappeler de cette subtilité lors des transformations des coordonnées à partir des angles mesurés par EBSD.*

Donc, la transformation des coordonnées du tenseur des contraintes se fait à partir des identités suivantes :

$$\mathbf{T}^* = \mathbf{Q}\mathbf{T}^{*C}\mathbf{Q}^T \quad (1.12)$$

$$\mathbf{E}^{eC} = \mathbf{Q}^T\mathbf{E}^e\mathbf{Q} \quad (1.13)$$

Où $\mathbf{E}^{eC}$ et $\mathbf{T}^{*C}$ représentent, respectivement, le tenseur de déformation de Green et le tenseur de la seconde contrainte de Piola-Kirchhoff dans le repère du cristal.

En incorporant l'équation 1.4 dans l'équation 1.12 et en servant de l'identité 1.13, on obtient pour une simulation isotherme:

$$\mathbf{T}^* = \mathbf{Q}\mathbf{C}[\mathbf{Q}^T\mathbf{E}^e\mathbf{Q}]\mathbf{Q}^T \quad (1.14)$$

1.1.2 La loi d'écoulement plastique

La loi d'écoulement plastique permet de calculer le taux de variation du gradient des déformations plastiques, $\dot{\mathbf{F}}^p \mathbf{F}^{p-1}$, de chaque point de Gauss à partir de son orientation initiale et du taux de déformation par cisaillement plastique, comme :

$$\dot{\mathbf{F}}^p \mathbf{F}^{p-1} = \sum_{\alpha} \dot{\gamma}^{\alpha} \mathbf{S}_0^{\alpha} \quad (1.15)$$

$$\mathbf{S}_0^{\alpha} = \mathbf{m}_0 \otimes \mathbf{n}_0 \quad (1.16)$$

Avec $\mathbf{S}_0^{\alpha}$ le tenseur de Schmid calculé à partir du produit vectoriel des vecteurs unitaires de la direction de glissement, $\mathbf{m}_0$, le système de glissement, α , et du vecteur normal au plan de glissement, $\mathbf{n}_0$. Les illustrations de la Figure 1.1 permettent de visualiser ces vecteurs pour les mailles cubiques centrées (BCC) et cubiques faces centrées (FCC).

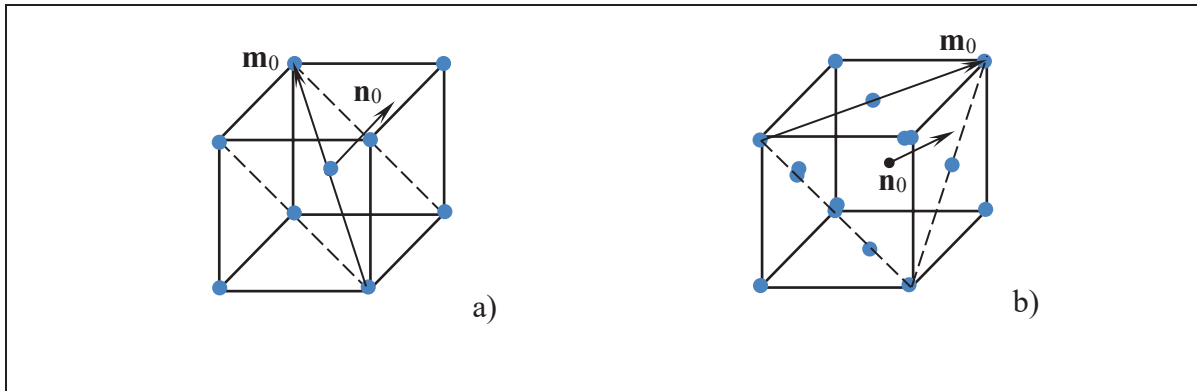


Figure 1.1 - Illustration des vecteurs définissant les plans et directions de glissement dans une maille a) BCC et b) FCC

Le taux de variation du cisaillement plastique est calculé par l'équation d'Orowan (Orowan, 1940), comme :

$$\dot{\gamma}^\alpha = \rho_m^\alpha b \bar{v}^\alpha \quad (1.17)$$

où ρ_m^α représente la densité de dislocation mobile sur le système de glissement α , b , la longueur de Burger du réseau cristallin sollicité, et $\bar{v}^\alpha$, la vitesse moyenne des dislocations mobiles sur le système de glissement α .

D'emblée, il est possible d'identifier deux quantités qui sont intimement reliées à la métallurgie dans les équations 1.15 à 1.17, le tenseur $\mathbf{S}_0^\alpha$ et le scalaire $\dot{\gamma}^\alpha$. Ces deux quantités reflètent, d'une part, l'intégration de l'orientation des grains dans la modélisation du comportement micromécanique et deuxièmement, l'accommodation de la plasticité par le mouvement des dislocations sur les plans denses, un aspect fondamental de la métallurgie physique. Le second aspect est plus difficile à modéliser, mais la littérature propose plusieurs lois dont une qui sera présentée à la section 1.4.

La loi constitutive qui définit le comportement de $\bar{v}^\alpha$ est définie comme :

$$\bar{v}^\alpha = \bar{v}^\alpha(\tau^\alpha, \theta, s^\alpha) \quad (1.18)$$

Avec τ^α , la contrainte de cisaillement résolue (CCR), θ , la température et s^α , la résistance au glissement, tous, sur le même système de glissement α .

Donc, à température ambiante, la force motrice derrière le mouvement des dislocations devient τ^α . Cette quantité est calculable par l'égalité suivante :

$$\tau^\alpha = (\mathbf{F}^{eT} \mathbf{F}^{eT*}) \mathbf{S}_0^\alpha \quad (1.19)$$

En revanche, pour qu'il y ait un mouvement coordonné de dislocations provoqué par τ^α , cette dernière doit être supérieure à s^α . La vraie force motrice, la contrainte de cisaillement résolue

effective, τ_*^α , devient donc la différence entre τ^α et la résistance au glissement, s^α , et s'écrit comme :

$$\tau_*^\alpha = |\tau^\alpha| - s^\alpha \quad (1.20)$$

La norme permet de calculer directement τ_*^α sans se préoccuper du sens de la contrainte, ce dernier étant repris dans la loi constitutive. Noter que pour le reste du document la contrainte de cisaillement résolue effective sera appelée la contrainte critique de cisaillement résolue (CCCR). Dès lors, l'équation 1.18 définissant les dépendances de la vitesse des dislocations devient, en configuration effective :

$$\bar{v}^\alpha = \bar{v}^\alpha(\tau_*^\alpha, \theta, s_*^\alpha) \quad (1.21)$$

Cette fonction permet d'aborder l'évolution de la plasticité de plusieurs façons. Certains auteurs préfèrent modéliser le problème par une forme dite *phénoménologique*, tandis que d'autres préfèrent les lois d'écoulement dérivées de la *dynamique des dislocations*. Ces dernières comportent souvent une quantité importante de coefficients à identifier (Zikry & Kao, 1996; Arsenlis, 2004; Ma & Roters, 2004; Ma et al., 2006a, 2006b) avec certaines comprenant plus d'une vingtaine de paramètres (Evers et al., 2004). La majorité de ces paramètres provient de l'interaction des dislocations entre elles. Il va sans dire que la calibration d'un modèle comprenant 23 paramètres nécessite une matrice d'essais colossale. Pour cette raison, ces lois sont souvent calibrées à partir d'essais macroscopiques (Hosford et al., 1960; Kocks, 1959) ou par modélisation par dynamique moléculaire (Groma et al., 2003). Curieusement, la méthode utilisée pour calibrer la loi est rarement abordée (Arsenlis & Parks, 2002; Ma et al., 2006a). De plus, la convergence de la calibration d'un tel modèle ne garantit pas l'atteinte de la meilleure solution (minimum global). Par ailleurs, la mesure de la densité des dislocations, une variable d'état clé dans certaines lois constitutives basées sur leur dynamique, engendre des erreurs de mesure qui sont dépendantes de la technique utilisée *i.e.* diffraction des rayons X (DRX), microscopie à transmission (MET) ou EBSD (Berecz et al., 2016).

Pour ces raisons, la loi constitutive qui sera utilisée pour modéliser le comportement du UNS S41500 et du CA6NM sera plutôt de type phénoménologique. Ces lois comportent généralement moins de paramètres et elles prennent la forme suivante :

$$\dot{\gamma}^\alpha = \dot{\gamma}_0^\alpha \left| \frac{\tau^\alpha}{s^\alpha} \right|^{\frac{1}{m}} \text{sgn}(\tau^\alpha) \quad (1.22)$$

Avec $\dot{\gamma}_0^\alpha = \rho_m^\alpha b \bar{l}^\alpha v$ typiquement borné entre 10^6 et 10^7 s^{-1} (Balasubramanian, 1998), et m , un paramètre matériau. Le terme $\bar{l}^\alpha$ représente la distance moyenne parcourue par la dislocation sur α .

Le lecteur intéressé par une revue concernant les lois constitutives et leurs utilisations en MPCEF est invité à lire l'article de Roters et al. (Roters et al., 2010).

1.1.3 Évolution de la résistance au glissement

Lors de l'activation d'un système de glissement ($\tau_*^\alpha > 0$), les dislocations mobiles qui se trouvent sur le plan α , se mettent en mouvement. Le cisaillement engendre aussi une multiplication des dislocations par l'intermédiaire des sources de Frank-Read qui se trouvent sur le plan de glissement. Conséquemment, leur densité augmente, ce qui entraîne de plus fortes interactions entre leur champ de déformation. Puisque, globalement, les interactions sont de nature répulsive, la force requise pour générer de nouvelles dislocations augmente, ce qui entraîne le durcissement structural du matériau (Callister, 2018).

Ainsi, à la suite de l'activation du plan α , l'augmentation de la résistance au glissement se modélise comme :

$$\dot{s}^\alpha = \sum_{\beta} h^{\alpha\beta} |\dot{\gamma}^\beta| \quad (1.23)$$

Avec $h^{\alpha\beta}$ la matrice d'interaction permettant de quantifier l'augmentation de la résistance au glissement des différents systèmes du réseau cristallin. Cette matrice est définie comme :

$$h^{\alpha\beta} = [q_l + (1 - q_l) \delta^{\alpha\beta}] h^\beta \quad (1.24)$$

où q_l représente le paramètre d'écrouissage latent, $\delta^{\alpha\beta}$, le delta de Kronecker et h^β , le taux de variation d'autoécrouissage. Ce dernier modélise le taux de variation de $\dot{s}^\alpha$ par l'activation du plan α .

L'écrouissage latent a été étudié dans le fer alpha et s'est montré être anisotrope sur une multitude de paires de plans de glissement (Franciosi, 1983). Cette anisotropie est calculée par le quotient, L^{sp} , entre la CCCR lors de l'activation du second système de glissement, par rapport à la CCCR permettant d'activer le premier système de glissement. Cette anisotropie vient de l'interaction entre les plans de différentes natures. Une dépendance de la prédéformation, γ^p , quantifiée par le pourcentage de déformation plastique sur le premier système de glissement a aussi été remarquée. La Figure 1.2 montre bien ces dépendances et l'influence qu'elles ont sur l'anisotropie du comportement plastique. Dès lors, une seconde approximation sera faite dans cette thèse et elle suppose que le coefficient d'écrouissage latent est égal à 1.4. Cette valeur est souvent observée dans les études sur la modélisation de la martensite par MPCEF (Briffod et al., 2018; Maresca et al., 2016; Vermeij et al., 2023).

Finalement, l'autoécrouissage, h^β , s'écrit comme :

$$h^\beta = h_0^\beta \left| 1 - \frac{s^\beta}{s_s^\beta} \right|^r \operatorname{sgn} \left(1 - \frac{s^\beta}{s_s^\beta} \right) \quad (1.25)$$

Avec h_0^β le taux d'écrouissage initial, s_s^β , la valeur de la contrainte de cisaillement résolue à la saturation (CCRS) et r , un paramètre matériaux.

Dans ce contexte, la contrainte à la saturation représente l'équilibre entre l'écrouissage et la restauration dynamique des dislocations.

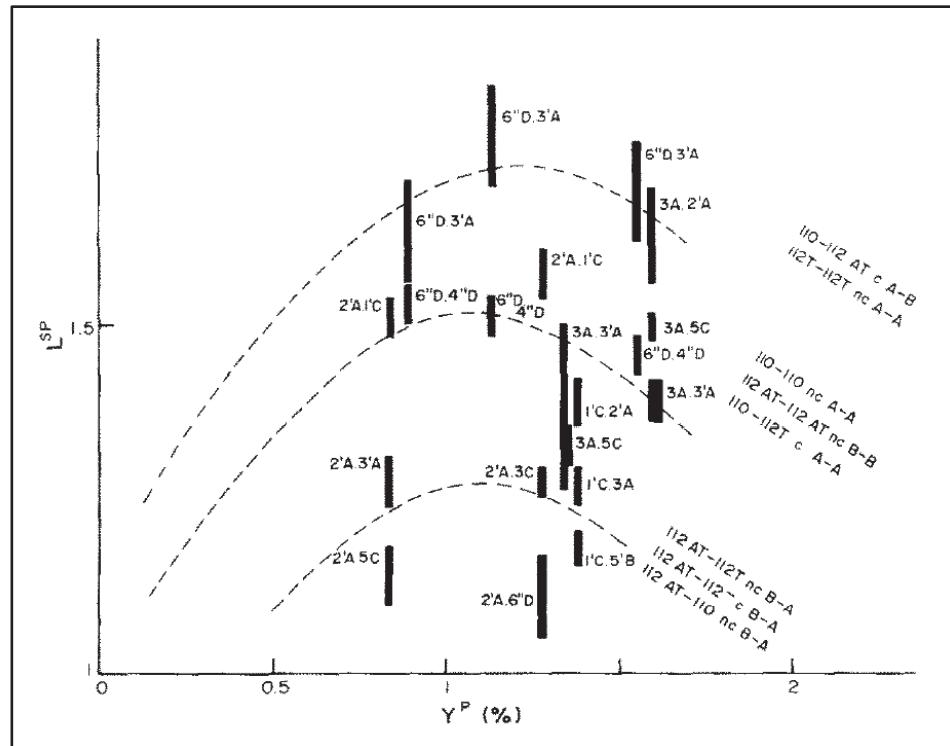


Figure 1.2 - Résultats des essais d'écrouissage latent sur des monocristaux de fer alpha à différents pourcentages de prédéformation. Les bandes noires correspondent aux résultats d'interactions entre systèmes de glissement de nature différente (Ex : A-B) et de même nature (Ex : A-A)

Tirée de Franciosi (1983)

1.1.4 Sommaire des paramètres à mesurer expérimentalement pour modéliser le comportement de la martensite

Le développement des lois constitutives de la section précédente a permis d'identifier les paramètres intrinsèques des monocristaux. Ainsi, pour simuler adéquatement le comportement d'un alliage polycristallin sous déformation, il est préférable, si possible, de mesurer directement ces paramètres pour assurer une meilleure représentativité de l'alliage. Le Tableau 1.1 présente ces paramètres et une courte description de la méthode d'extraction.

Tableau 1.1 - Paramètres matériau à mesurer dans la martensite

Paramètres matériau	Identification	Méthode de mesure ou source
S_0^α (Calculé à partir des angles d'Euler)	Tenseur de Schmid	Par diffraction d'électrons rétrodiffusés (EBSD)
h_0 [MPa]	Taux d'écrouissage initial	Mesuré par un essai de traction/compression micrométrique dès le début du développement plastique dans un bloc de martensite
s^α [MPa]	La contrainte de cisaillement critique résolue	Mesurée par un essai de traction/compression micrométrique dès que la courbe diverge du comportement élastique linéaire
s_s^α [MPa]	La contrainte de cisaillement à la saturation	Mesurée par un essai de traction/compression micrométrique jusqu'à la saturation de la contrainte appliquée

Les exposants matériau m et r ne se mesurent pas explicitement, mais peuvent être calculés a posteriori en lissant la réponse des résultats de la loi constitutive sur les résultats expérimentaux. Dans le cas du taux d'écrouissage, il est possible de le calculer avec un schème de dérivées point par point, cependant les calculs numériques des dérivées mènent souvent à des résultats en dent de scie ou bruités. Pour cette raison, h_0 , sera, de la même manière que m et r , calculé à partir d'un schème d'optimisation réduisant l'écart entre la courbe de traction modélisée par la loi constitutive et celle obtenue expérimentalement. Cette tâche sera accomplie lors de la calibration de loi constitutive et n'est pas traitée dans ce document

Avant de continuer la revue de la littérature sur le sujet de la modélisation du comportement mécanique de la martensite en lattes par MPCEF, il est nécessaire d'aborder différentes caractéristiques de cette microstructure. Ces précisions permettront une meilleure compréhension des termes importants reliés au caractère hiérarchique de la martensite.

1.2 La martensite en lattes

Ce sous-chapitre a comme objectif de mettre en évidence les caractéristiques de la transformation martensitique et les sous-structures qui sont formées à partir de la phase austénitique. Les informations de cette section serviront à identifier la bonne sous-structure qui permettra d'extraire les propriétés micromécaniques d'un *grain* de martensite. Ici, le terme *grain* fait référence aux grains d'un polycristal dans lequel une éprouvette serait usinée pour mesurer les propriétés micromécaniques intrinsèques de l'alliage. Quelques relations cristallographiques seront présentées pour permettre l'identification des interfaces séparant les variants qui seront sélectionnés lors du travail expérimental.

1.2.1 La cinétique de transformation $\gamma\text{-}\alpha'$

La martensite est une phase métastable présente dans divers matériaux cristallins, pas uniquement les aciers. Tout matériau cristallin subissant une transformation de phase selon les critères suivants est considéré comme martensitique (Krauss, 2001) :

- Une transformation de phase sans diffusion ou militaire : elle est indépendante du temps et la composition chimique locale de l'alliage ne change pas, ou très peu durant la transformation;
- Un cisaillement provoqué par la réorganisation atomique des plans cristallographiques.

Une condition géométriquement nécessaire doit aussi être respectée pour que les réseaux cristallins parents/enfants demeurent cohérents:

- La transformation entre la phase parente et son produit doit laisser au moins une ligne commune aux deux réseaux i.e. *invariants line strain* (ILS). Cette condition est illustrée à la Figure 1.3.

Dans la plupart des aciers, cette transformation a lieu lorsque la pièce est trempée, dans l'eau, dans l'huile, dans un bain de sel, dans l'air et parfois même, dans l'azote liquide. La martensite

se forme généralement alors que la diminution rapide de la température ne permet pas aux atomes de carbone en solution de diffuser et ainsi quitter la phase austénitique. Dans l'acier, cette transformation presque instantanée de la structure cristalline ($v_{transfo} = 1100 \text{ m/s}$) (Bhadeshia, 2002) emprisonne le carbone qui était en solution dans l'austénite, ce qui transforme au passage la maille élémentaire de cubique face centrée à cubique centrée. La Figure 1.4 présente une schématisation de cette transformation. Dans le cas du UNS S41500, cette transformation s'effectue d'elle-même lors du refroidissement lent à l'air ambiant.

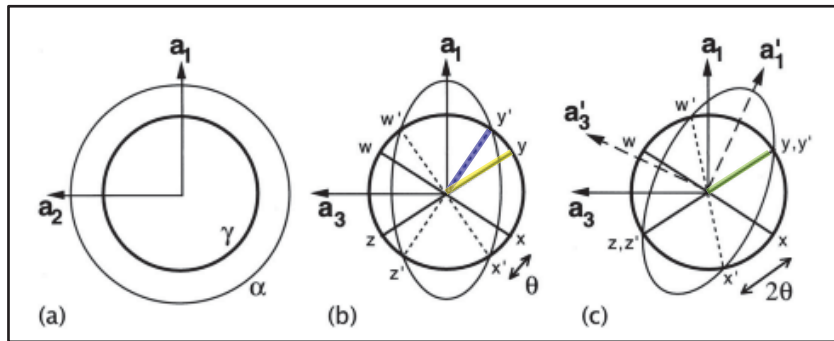


Figure 1.3 - Schématisation d'une transformation *line invariant strain*. a) Superposition des phases γ et α , b) l'influence de la transformation de Bain sur α et c), l'ajout d'une rotation de corps rigide. On note que c) génère une transformation qui produit une superposition des lignes y et y'

Adaptée de Bhadeshia (2017)

Le passage entre le réseau cristallin FCC et BCC illustré à la Figure 1.4 fut correctement prédit par Bowles et Mackenzie dans les années 50 dans leur théorie phénoménologique de la transformation martensitique (PTMT) (Bowles & Mackenzie, 1954a, 1954b; Mackenzie & Bowles, 1954). Contrairement à la condition initialement émise qui stipule que toute transformation martensitique doit conserver au moins une ligne inchangée entre la phase parent et le produit, voir la Figure 1.3c), la transformation observée dans les aciers martensitiques nécessite plutôt qu'un plan du réseau cristallin demeure inchangé, voir illustré à la Figure 1.5, d'où le nom *invariant plane strain* (IPS). Ce plan communément appelé le plan parent ou *habit plane*, peut être défini par les lignes passant par les points x et w . Effectivement, la position de ces lignes demeure inchangée dans la phase parente, Figure 1.5a), et dans le produit, Figure 1.5d). Cette cohérence à l'interface de transformation n'est rendue possible que par une

déformation de réseau dite *invariant lattice deformation* (ILD). L'ILD résulte soit d'un maillage ou un glissement sur les plans denses et permet aux réseaux cristallins de demeurer cohérents à l'interface de transformation.

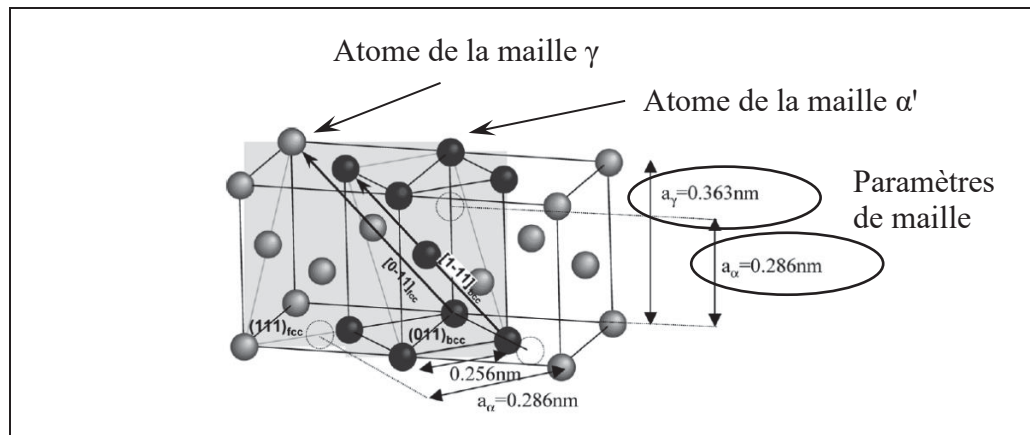


Figure 1.4 - Schématisation de la transformation de Kurdjumov-Sachs
Adaptée de Sandoval et al. (2009)

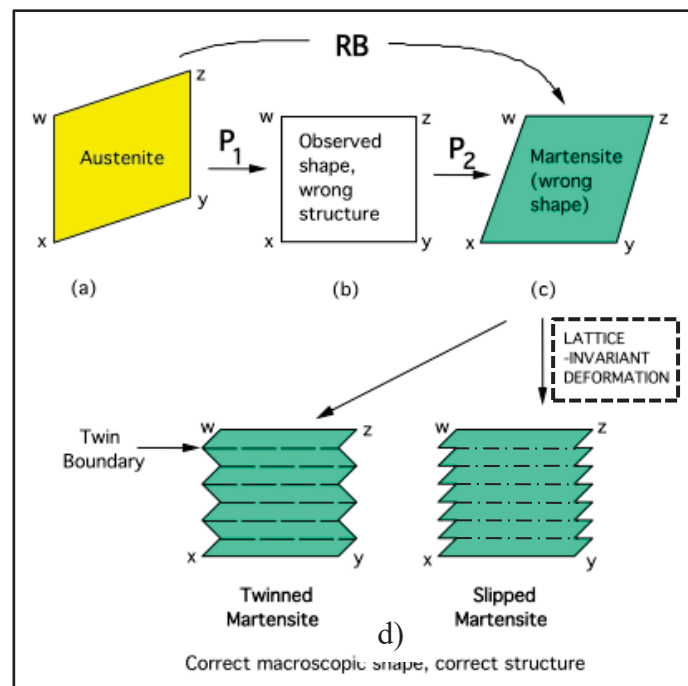


Figure 1.5 - Schématisation de la transformation martensitique phénoménologique. Les lignes tiretées ont été ajoutées pour mettre en évidence les plans de glissement dans l'image
Slipped Martensite
Adaptée de Bhadeshia (2017)

Mathématiquement, la transformation martensitique par le tenseur **S** nommé *shape strain* est définie comme:

$$\mathbf{S} = \mathbf{RBP} \quad (1.26)$$

où le tenseur **R** représente la rotation de la maille permettant de présenter les différentes relations d'orientations proposées dans la littérature, Figure 1.5 b), **B** la transformation de Bain, Figure 1.5 c), et **P**, la transformation ILD. La grandeur des composantes de chaque tenseur dépend naturellement de la transformation, mais dans les aciers au carbone une dilation d'environ 3%, **B**, et une importante déformation par cisaillement de l'ordre de 0.26, **P**, (Bhadeshia, 2002) sont observées. Dans le cas du UNS S41500, on observe un peu moins de 2% de déformation volumique¹.

Cette sous-section se termine par un aspect important du projet : la présence d'austénite résiduelle. Dans le cas du UNS S41500 à l'état brut de trempe, la présence d'austénite résiduelle n'a pas été mesurée précisément puisque la marge d'erreur attribuable à la mesure est comparable aux résultats obtenus qui se situent autour de 1% (Godin. S, 2011). Certains travaux non publiés et effectués à l'IREQ ont aussi révélé l'absence d'austénite lors d'une cartographie EBSD produite à fort grossissement et haute résolution dans l'acier UNS S41500 brut de trempe. En revanche, à la suite de l'assemblage des roues d'eau en CA6NM, les manufacturiers effectuent toujours un revenu final pour favoriser la croissance de l'austénite reformée, adoucir la martensite et réduire le niveau de contraintes résiduelles dans l'assemblage. Par exemple, un revenu à 620 °C et maintenu pendant 2 heures permet d'atteindre une teneur en austénite d'environ 18% si le refroidissement jusqu'à la température ambiante se fait lentement. Somme toute, dans le cadre de ce projet, l'état brut de trempe a été choisi pour être en mesure de caractériser le comportement mécanique de la martensite sans ambiguïté. Il sera plus simple d'introduire l'influence de l'austénite sur les propriétés micromécaniques a posteriori, lorsque celles de la martensite auront été mesurées avec

¹ Discussion privée avec Jacques Lanteigne. Pourcentage provenant de mesures dilatométriques.

précision. Il en est de même concernant l'identification du mécanisme favorisant la microplasticité observée à basse charge.

Toutefois, des observations au TEM ont démontré la présence d'austénite résiduelle fragmentée le long des joints de lattes dans un acier trempé faiblement allié Fe-0.2C-1.98Mn (Morito et al., 2011). Les fragments d'austénite sont visibles en blanc dans la configuration champ sombre ou *dark field*, lorsque l'échantillon est orienté en fonction du point de diffraction [111] de l'austénite, voir la Figure 1.6. Il n'est donc pas impossible que le UNS S41500 brut de trempe, malgré sa très faible teneur en carbone, un élément gammagène, contienne des traces d'austénite résiduelle. Cette possibilité sera abordée lors de la discussion des résultats.

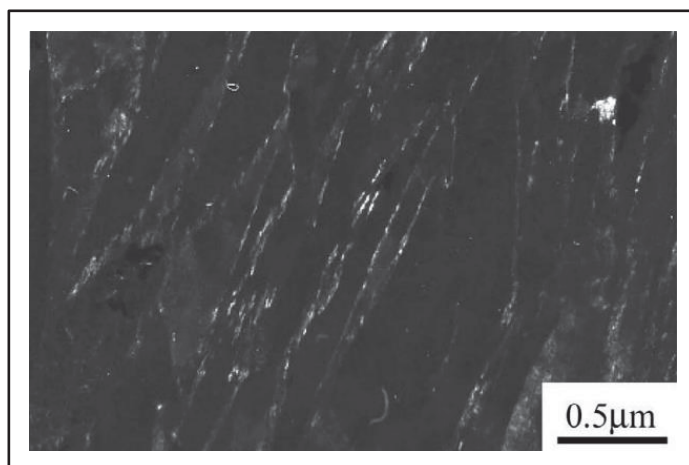


Figure 1.6 - Observation de l'austénite résiduelle en champ sombre dans un acier Fe-0.2C-1.98Mn. Les fragments d'austénite sont visibles en blanc
Tirée de Morito et al. (2011)

1.2.2 La cristallographie de la martensite proposée par le modèle de Kurdjumov-Sachs

Malgré leur apparente orientation aléatoire, les lattes de martensite suivent un ordre déterminé par une relation d'orientation (RO). En effet, trois grandes théories permettent de calculer l'orientation des variantes (latte) de martensite par rapport aux plans denses de la phase

austénitique sur lesquelles elles se sont transformées. Il s'agit de la théorie de Kurdjumov-Sachs (K-S), celle de Greninger-Troiano (G-T) et la théorie de Nishiyama-Wasserman (N-W).

Dans le cas des alliages à faible teneur en carbone ($C < 0.4\%w$), comme le UNS S41500, la transformation martensitique suit souvent la RO de K-S (Gourgues et al., 2013; Kitahara et al., 2006; Morito, Tanaka, et al., 2003). Cette relation, schématisée à la Figure 1.4, est basée sur les relations suivantes :

$$\{111\}_\gamma // \{110\}_\alpha \quad (1.27)$$

$$\langle 110 \rangle_\gamma // \langle 111 \rangle_\alpha \quad (1.28)$$

Où $\{ \}$ et $\langle \rangle$ représentent respectivement la famille des vecteurs définissant les plans et les directions de glissement à l'aide des indices de Miller. De façon similaire $()$ et $[]$ représentent, respectivement, un plan et une direction.

En réalité, la martensite ne transforme pas exactement sur le plan $\{111\}_\gamma$ mais plutôt un plan irrationnel, le $\{575\}_\gamma$. Cette subtilité a été observée dans le S41500 à l'aide de la technique du sectionnement en série (Mosayebi, Deschênes, et al., 2025). En comparant l'angle que forme les plans parents entre eux, les auteurs ont confirmé cette déviation par rapport à la théorie K-S, voir la Figure 1.7.

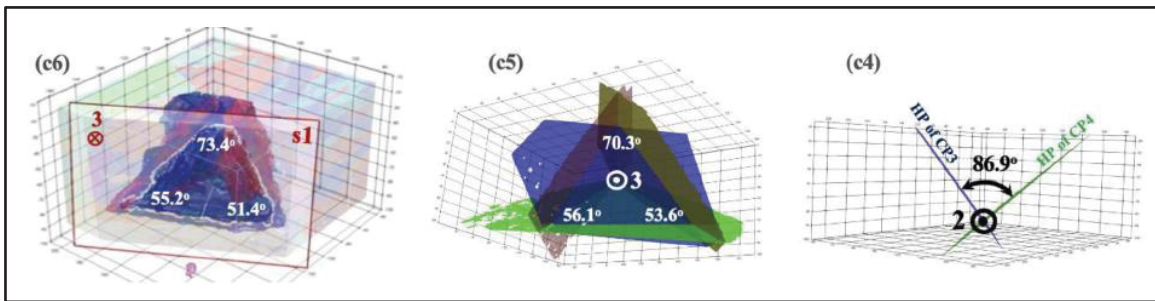


Figure 1.7 - Observation directe par sectionnement en série de la déviation par rapport à la prédiction du plan invariant proposé par la théorie K-S. Une transformation sur $\langle 111 \rangle$ aurait engendrée des angles de 70.53 sur l'ensemble de l'intersection des plans

Tirée de Mosayebi, Deschênes, et al. (2025)

Malgré cette légère déviation, les matrices de transformation sont fréquemment formées à partir des égalités (1.27) et (1.28) (Kitahara et al., 2006). Ces relations peuvent être interprétées sous la forme matricielle. Elles permettent de calculer les matrices de transformation $\mathbf{T}$, décrivant le passage entre les vecteurs unitaires de la maille FCC à la maille BCC. Par exemple, pour la transformation de la variante V1, la matrice de transformation se calcule comme :

$$\mathbf{T}\mathbf{A} = \mathbf{M} \quad (1.29)$$

$$\mathbf{T} \begin{bmatrix} -0.7071 & 0.4082 & 0.5774 \\ 0 & -0.8165 & 0.5774 \\ 0.7071 & 0.4082 & 0.5774 \end{bmatrix}_{\gamma} = \begin{bmatrix} -0.5774 & 0.8165 & 0 \\ -0.5774 & -0.4082 & 0.7071 \\ 0 & 0.4082 & 0.7071 \end{bmatrix}_{\alpha} \quad (1.30)$$

$$\mathbf{T} = \begin{bmatrix} -0.5774 & 0.8165 & 0 \\ -0.5774 & -0.4082 & 0.7071 \\ 0 & 0.4082 & 0.7071 \end{bmatrix}_{\alpha} \begin{bmatrix} -0.7071 & 0.4082 & 0.5774 \\ 0 & -0.8165 & 0.5774 \\ 0.7071 & 0.4082 & 0.5774 \end{bmatrix}_{\gamma}^{-1} \quad (1.31)$$

La seconde colonne de chaque phase est obtenue en faisant le produit vectoriel des vecteurs unitaires $\mathbf{a}_3$ et $\mathbf{a}_1$. Dans les aciers qui se transforment tels que décrits par la théorie de K-S, il existe 24 matrices de transformation $\mathbf{T}$. Elles s'expriment à partir des 4 plans denses de la maille FCC $\{111\}$, comprenant chacun 3 directions de glissement $\langle 110 \rangle$, combinés aux 2 directions de glissement $\langle 111 \rangle$ des plans $\{110\}$ de la phase BCC.

Puisque les matrices $\mathbf{T}$ sont uniques à chaque variante, elles permettent de calculer deux informations pertinentes sur la nature d'un joint de variante. Il s'agit de l'angle de désorientation et du vecteur unitaire de rotation. De façon similaire à la matrice de transformation, il existe une matrice de rotation $\mathbf{R}$ qui permet d'exprimer la transformation entre une variante de martensite $\mathbf{M}_2$ à partir d'une variante $\mathbf{M}_1$ (Humphreys, 2004):

$$\mathbf{M}_2 = \mathbf{R}\mathbf{M}_1 \quad (1.32)$$

$$\mathbf{R} = \mathbf{M}_1\mathbf{M}_2^{-1} \quad (1.33)$$

Cependant, cette égalité ne tient pas compte de la symétrie cubique de la phase BCC. Pour s'assurer de trouver la matrice qui correspond à la bonne rotation, une itération sur l'ensemble des 24 matrices de symétrie, $\mathbf{C}_i$ doit être faite. Ainsi, l'itération s'effectue comme :

$$\mathbf{R}_i = \mathbf{M}_1 \mathbf{C}_i \mathbf{M}_2^{-1} \text{ où } i \in \{1..24\} \quad (1.34)$$

L'angle de désorientation qui sépare deux variantes se calcule de la façon suivante :

$$\cos(\theta_{dés}) = \max \left(\frac{\text{tr}(\mathbf{R}_i) - 1}{2} \right) \quad (1.35)$$

et la direction du vecteur de rotation unitaire s'exprime comme :

$$\mathbf{r} = [(\mathbf{R}_{32} - \mathbf{R}_{23}) (\mathbf{R}_{13} - \mathbf{R}_{31}) (\mathbf{R}_{21} - \mathbf{R}_{12})] \quad (1.36)$$

avec les indices représentant les composantes de la matrice. L'ensemble des angles et des vecteurs sont disponibles à l'ANNEXE I.

1.2.3 Caractéristiques des différentes structures retrouvées dans la martensite

Après transformation, la microstructure d'un acier martensitique à faible teneur en carbone ($C < 0.4\%$ wt) adopte une forme caractéristique, souvent qualifiée d'*en aiguille*. La Figure 1.8 montre un exemple de cette caractéristique dans l'acier UNS S41500. Les fines lignes blanches représentent les joints des sous-structures présentes dans la martensite et outre les joints de grains austénitiques parents, surlignés en jaune et identifiables par leur allure légèrement courbée, le reste des structures ne sont réellement identifiables que par une analyse cristallographique à partir de données EBSD.

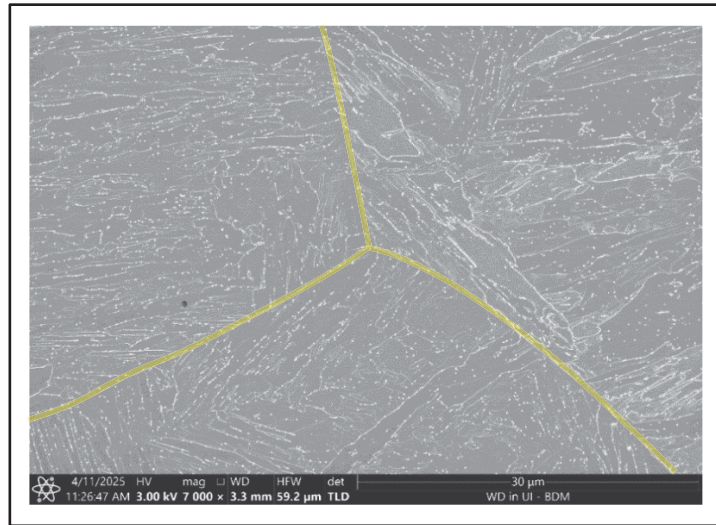


Figure 1.8 - Observation de la microstructure du UNS S41500 au microscope électronique à balayage

Pour s'y retrouver, les différentes structures sont cataloguées de façon hiérarchique et présentées sur un plan de coupe schématisé à la Figure 1.9. Notons au passage que ces structures sont classées à partir de leurs caractéristiques cristallographiques uniques, bien que leurs morphologies soient aussi différentes. Ainsi, de la plus petite structure à la plus grosse, il existe les lattes, les blocs, les paquets et les grains austénitiques parents. Naturellement, les lattes forment les blocs, qui forment les paquets, qui forment les grains austénitiques parents.

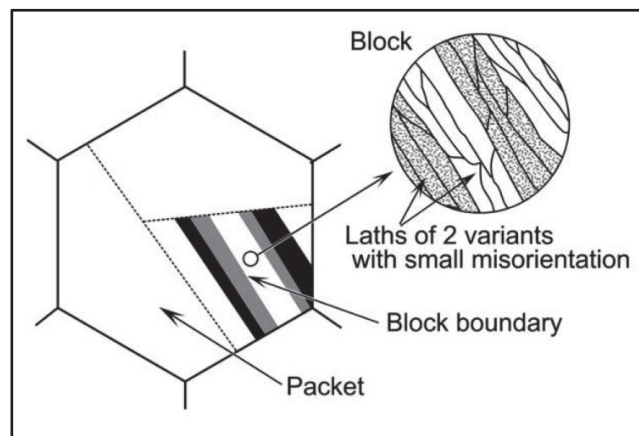


Figure 1.9 - Schématisation de la microstructure hiérarchique de la martensite à faible teneur en carbone ($0 < \%C < 0.4$). L'hexagone représente le joint de grain austénitique parent
Tirée de Morito et al. (2003)

Les prochains paragraphes sont consacrés aux caractéristiques des structures qui forment la martensite. Ils aborderont leur morphologie, la nature de leur interface et leur influence sur les propriétés mécaniques.

1.2.3.1 Les lattes

Les lattes sont les premières structures à transformer et elles le font de manière séquentielle. Des travaux de caractérisation ont démontré que les lattes qui se transforment en premier ont une taille et une homogénéité cristallographique plus importantes que celles qui terminent la transformation. Ces dernières ont un contenu en dislocations en moyenne 20% supérieur aux lattes qui se transforment à M_s , la température du début de transformation martensitique, augmentant du même coup leur dureté de 20% (Morsdorf et al., 2015). Deux explications rationalisent cette hétérogénéité.

Premièrement, lorsque la transformation tire à sa fin, l'austénite froide et mécaniquement contrainte devient de moins en moins complaisante à la transformation. Les lattes qui s'y transforment produisent donc une incompatibilité de déformation qui doit être accommodée par la latte et son environnement. Cette incompatibilité est visible a posteriori par EBSD en affichant les contours du Kernel Average Misorientation, (KAM), voir Figure 1.10. Le KAM permet de mesurer la désorientation locale entre un pixel et ses voisins immédiats, affichant du même coup, une certaine quantité de DGN permettant d'accommoder les déformations (Rui et al., 2019).

En second, la transformation séquentielle des lattes produit des historiques thermiques différents. En effet, les premières lattes transformées restent à haute température plus longtemps que les dernières finalisant la transformation. Ainsi, dans les premières lattes, il existe une ségrégation du carbone sous la forme de carbures. Cette ségrégation diminue la concentration de carbone dans la maille, abaissant du même coup les valeurs de nanodureté (Morsdorf et al., 2015). Ainsi, conformément à la relation empirique entre la dureté et la limite

d'élasticité, ces lattes devraient avoir une limite d'élasticité inversement proportionnelle à leur taille.

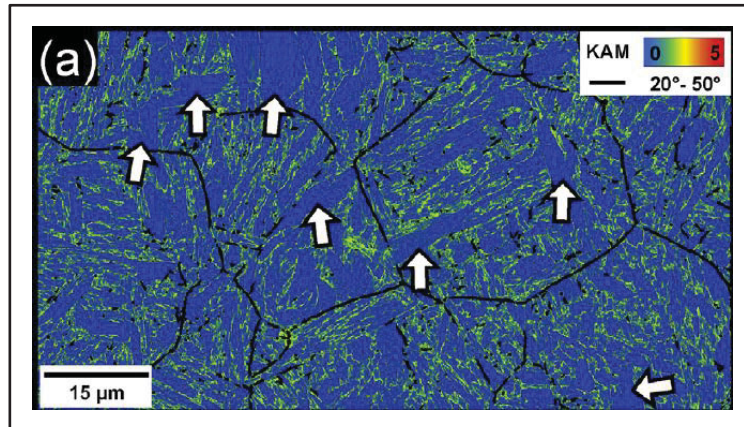


Figure 1.10 - Observation des lattes de martensite par EBSD et colorées en fonction de l'intensité du KAM. Les flèches blanches mettent en évidence les grosses lattes faiblement désorientées

Tirée de Morsdorf et al. (2015)

En ce qui concerne leur forme, elle est quantifiable par un facteur de forme c/a élevé, où c et a représentent respectivement l'axe long et court d'une ellipse (Morito et al., 2006). Des observations au TEM ont montré une morphologie similaire dans le S41500 avec une dimension transversale d'environ $0.5 \mu\text{m}$ (Deschênes et al., 2022).

En sommes, les lattes de martensite, en plus de présenter des dimensions réduites de l'ordre de quelques centaines de nanomètres, possèdent des propriétés mécaniques hétérogènes. Cette variabilité complique l'extraction directe de leurs propriétés mécaniques. En effet, la sollicitation d'un nombre important de lattes serait requise afin d'obtenir des statistiques représentatives de leurs propriétés mécaniques. De plus, leurs tailles restreintes compliqueraient grandement les essais mécaniques.

1.2.3.2 Les blocs

Les blocs sont composés d'un groupe de lattes de la même variante martensitique. Noter que pour le reste du document, les blocs seront caractérisés par leur numéro de variante. Lorsqu'ils appartiennent au même paquet, leur désorientation est généralement prononcée, $49.47^\circ < \theta_{d\acute{e}so} < 60^\circ$, à l'exception de la paire V1-V4 où $\theta_{d\acute{e}so} = 10.53^\circ$, souvent nommée *sous-bloc* dans la littérature (Morito et al., 2009). Leur forte désorientation en fait une des structures qui influencent le plus les propriétés mécaniques de la martensite (Deschênes et al., 2022; Mine et al., 2013). Leur influence sur une courbe force-déplacement est clairement visible à la Figure 1.11, où une augmentation de 43% de la charge maximale est observée en comparaison à l'éprouvette dans laquelle aucune interface n'était présente (Shibata et al., 2010).

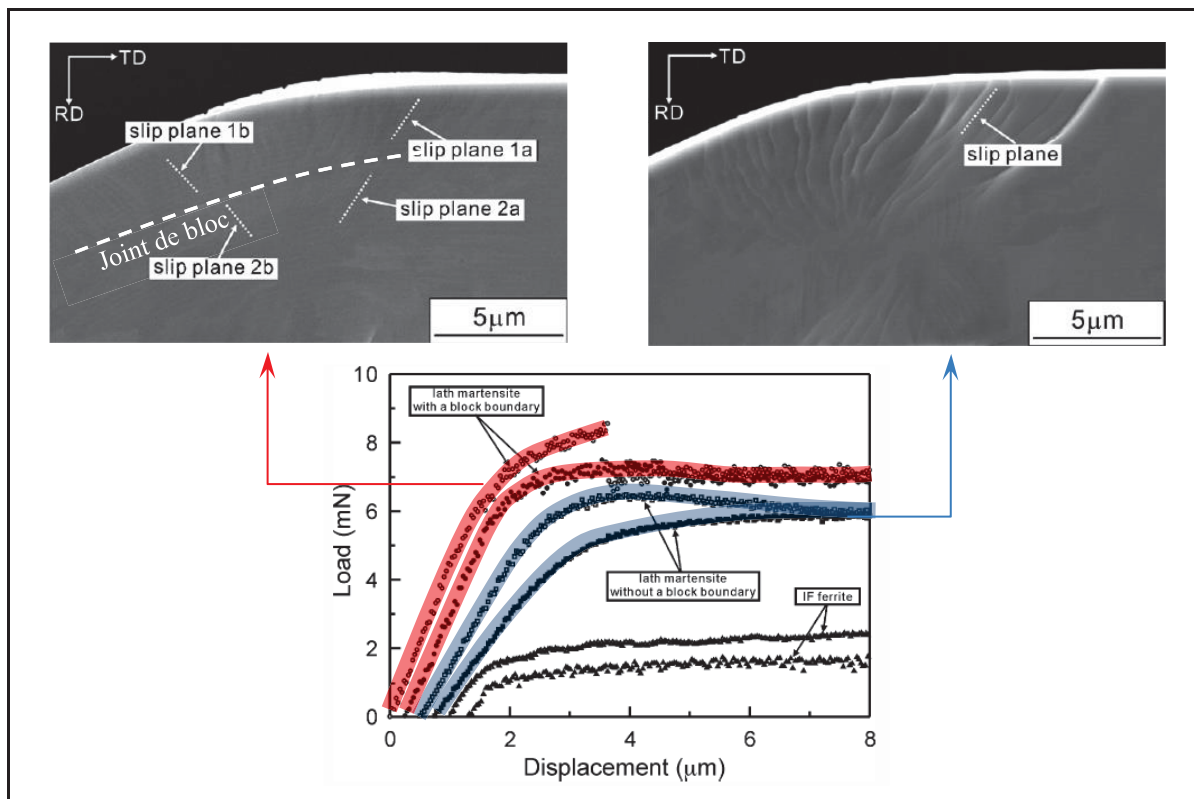


Figure 1.11 - Influence de l'interface de la paire V1-V2 (60°) sur les propriétés micromécaniques de la martensite en lattes. La ligne tiretée blanche met en évidence le joint de bloc dans l'image de gauche
Tirée de Shibata et al. (2010)

En ce qui concerne leur taille et leur morphologie, la plupart des travaux disponibles dans la littérature proposent des mesures effectuées à partir d'un plan de coupe en 2D. Cette technique de caractérisation engendre une variabilité qui provient du fait que la structure allongée peut être tronquée à la surface. En effet, contrairement à la majorité des grains austénitiques parents de morphologie équiaxe, les blocs ont une morphologie laminaire ou anisotrope. De récents travaux de caractérisation 3D par sectionnement en série effectués sur un volume de CA6NM mettent en évidence cette forme particulière (Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tøn-Thât, & Bassim, 2025).

Par exemple, un plan de coupe passant à travers la Figure 1.12 d4), de manière à tronquer la variante V7 longitudinalement, aurait comme effet de révéler un bloc d'une centaine de microns de long. À l'inverse, un plan coupant la variante de manière transversale révélerait une largeur d'environ une trentaine de microns. Il en est de même pour une variété de blocs présentés à la Figure 1.12.

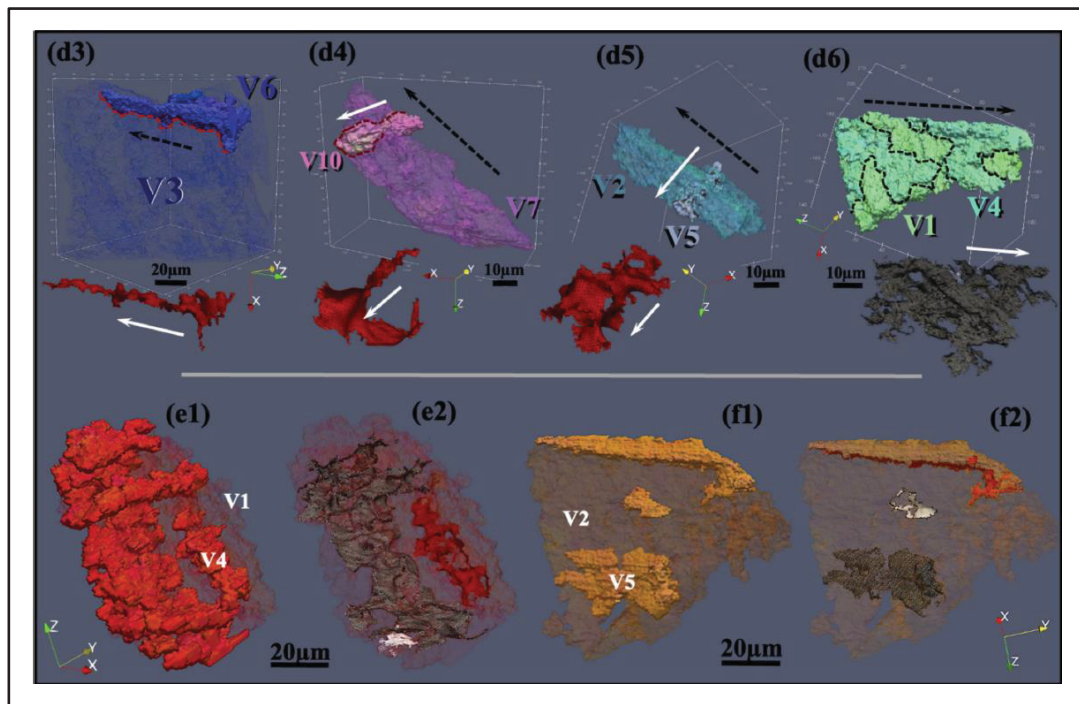


Figure 1.12 - Observation en 3D de différentes paires de blocs et leurs interfaces par la technique de sectionnement en série

Tirée de Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tøn-Thât, & Bassim (2025)

Somme toute, malgré qu'il soit difficile de définir une métrique pour quantifier leurs dimensions, certains blocs possèdent une longueur dépassant 100 μm et une largeur d'environ 30 μm . Fait intéressant, ils représentent la plus grosse structure de la martensite dont la désorientation interne peut être faible. Même si les lattes ressemblent davantage aux grains d'un polycristal, les blocs constituent le meilleur choix puisqu'ils renferment un nombre important de lattes toutes faiblement désorientées les unes par rapport aux autres.

Ainsi, solliciter un seul bloc revient à extraire le comportement mécanique moyen d'un ensemble de latte.

1.2.3.3 Les paquets

Les paquets de martensite sont formés d'un groupe de blocs qui ont transformé sur le même plan parent (*habit plane*). La Figure 1.13 schématise l'orientation des blocs représentés par des prismes sur le plan parent de forme triangulaire. Les flèches noires représentent les différentes directions de glissement cristallographiques des mailles FCC (triangle) et BCC (prismes).

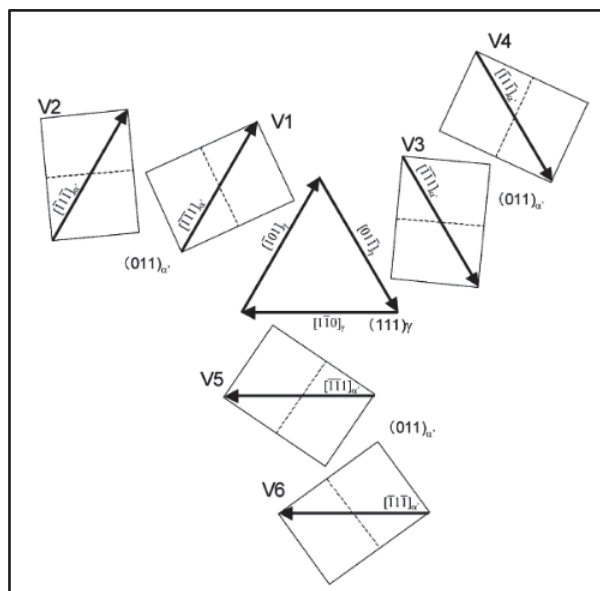


Figure 1.13 - Schématisation de l'orientation des 6 variantes de martensite (V1-V6) formées à partir du même plan parent $(111)_{\gamma}$
Tirée de Kitahara et al. (2006)

À la suite de la transformation, 4 paquets de martensite sont formés dans l'ancien grain austénitique, vestige des 4 plans denses de la phase austénitique. Comme le montre la Figure 1.14, leur taille peut représenter jusqu'à la moitié du grain austénitique parent. En trois dimensions, leur caractérisation révèle une forme plutôt plane et une distribution en strate, voir la Figure 1.15 (Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tôm-Thât, Huang, et al., 2025). Comme les blocs, ces structures forment des interfaces fortement désorientées qui sont connues pour augmenter les propriétés mécaniques de la martensite par le blocage du passage des dislocations aux interfaces (Mine et al., 2013; Morito et al., 2006).

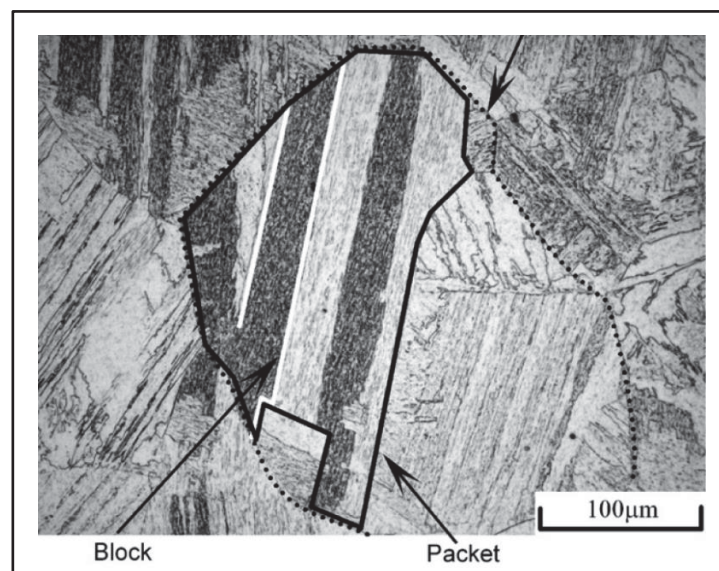


Figure 1.14 - Métallographie d'un acier martensite à faible teneur en carbone observé au microscope optique. Le tracé en pointillé représente la frontière du grain austénitique parent
Tirée de Morito et al. (2006)

Bien que leurs dimensions soient attrayantes dans le contexte d'essais micromécaniques, ces structures contiennent de nombreuses interfaces fortement désorientées qui viendraient compliquer la mesure des propriétés mécaniques représentatives d'un monocristal. En effet, il serait nécessaire de découpler l'influence des interfaces sur le comportement mécanique des lattes. En revanche, une éprouvette contenant l'entièreté d'un paquet pourrait très bien servir à la calibration d'une loi constitutive dans laquelle les interfaces influencent le comportement du matériau.

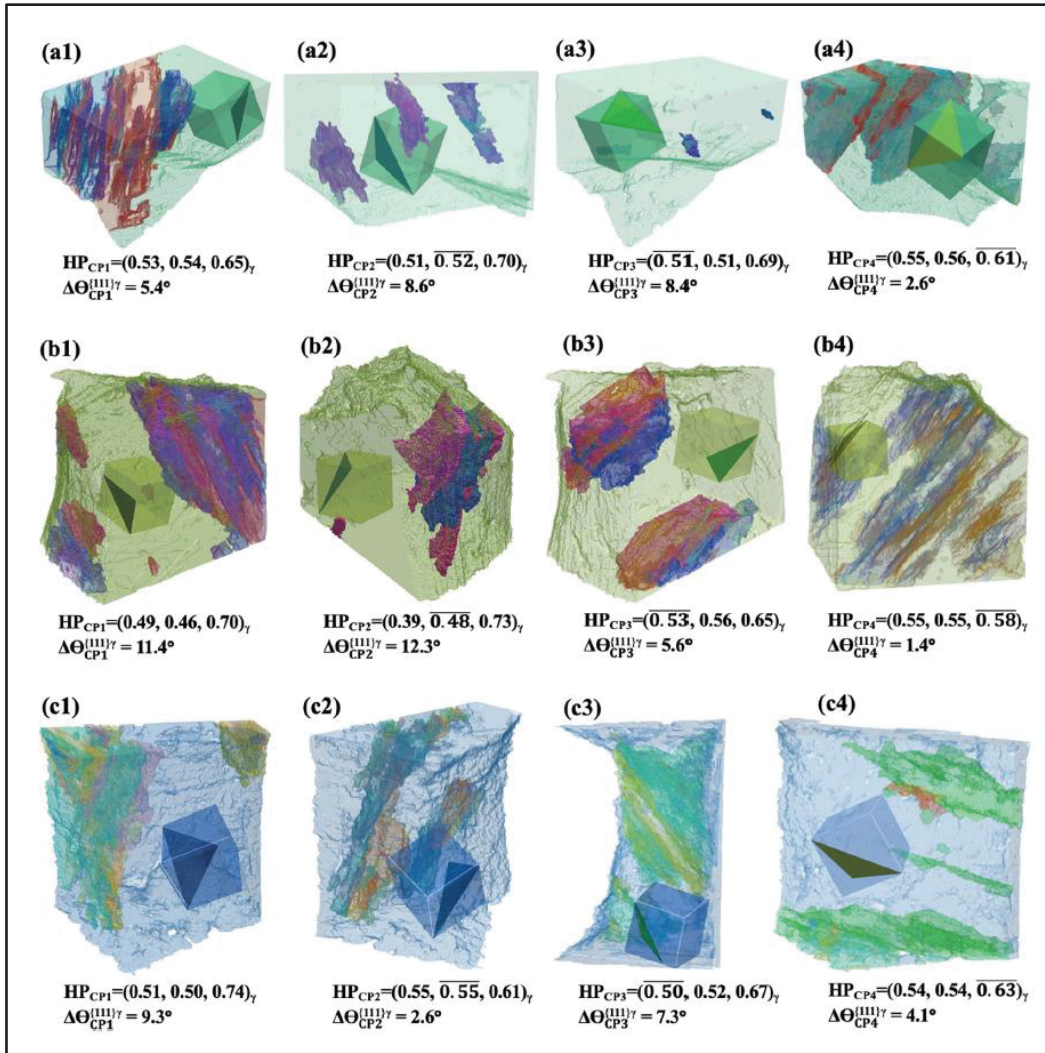


Figure 1.15 - Caractérisation tridimensionnelle des paquets de martensite et de leur distribution dans un grain austénitique parent. Les cubes comprennent les plans parents (triangles foncés) sur lesquels les blocs se sont transformés
 Tirée de Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tøn-Thât, Huang, et al. (2025)

1.3 Le comportement des aciers martensitiques en lattes sous sollicitation mécanique en tension quasi -tatique

Le comportement mécanique de la martensite en lattes a été caractérisé de manière étendue dans la littérature. À l'état brut de trempe, plusieurs auteurs ont remarqué une microplasticité ou autrement dit, un développement précoce de la plasticité dès les premiers instants des essais de traction (Allain et al., 2012; Badinier et al., 2015; Hutchinson et al., 2015; Muir, 1955; Takaki et al., 2012). Pour apprécier cette non-linéarité, différentes courbes de traction provenant d'un même acier Fe-18Ni-0.001C sont présentées à la Figure 1.16 a) et leur microstructure à la Figure 1.16 b).

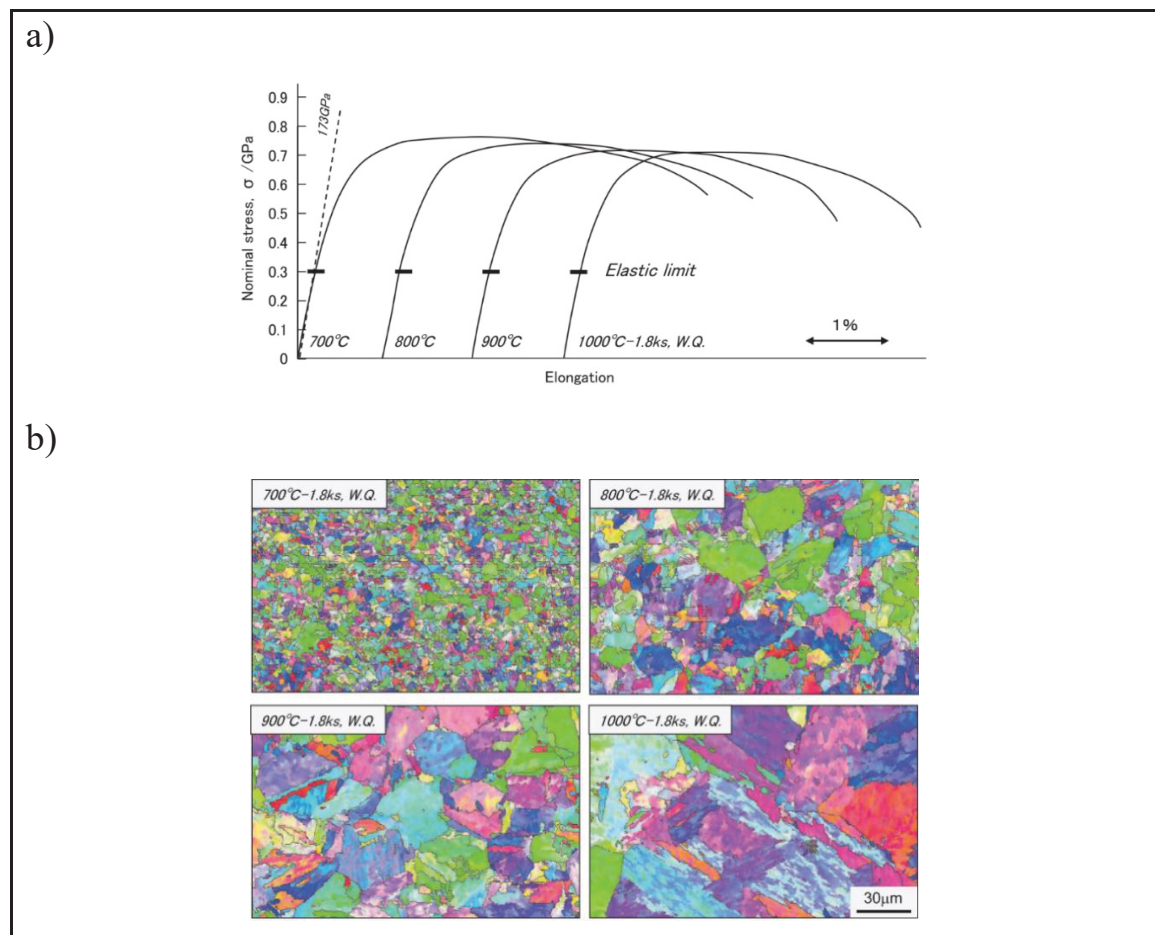


Figure 1.16 – a) Comparaison de différentes courbes de traction provenant d'un acier Fe-18Ni-0.001C ayant subi différents traitements thermiques, et b) les microstructures produites pour chaque traitement thermique
Tirée de Takaki et al. (2012)

Sans connaître spécifiquement la valeur de la déformation associée au développement de cette non-linéarité, il est évident qu'elle survient tôt durant les essais de traction, comme le montrent les traits noirs de la Figure 1.16 a) à environ 300 MPa. Elle continue d'évoluer jusqu'à ce que la contrainte atteigne une valeur d'environ 600 MPa, représentant la contrainte d'écoulement à 0.2% pour l'ensemble des nuances microstructurales testées. Fait intéressant, les auteurs ont remarqué que la morphologie de la microstructure, Figure 1.16 b), y compris la taille des sous-structures, n'avait pas d'influence sur l'initiation de cette microplasticité. Cette observation est toutefois en contradiction avec la relation de Hall-Petch qui propose plutôt que l'augmentation de la limite d'élasticité est inversement proportionnelle à la taille des grains (sous-structures).

Pour expliquer cette particularité de la martensite en lattes, plusieurs hypothèses ont été proposées. Elles sont :

- Une hétérogénéité des propriétés mécaniques des lattes de martensite (Allain et al., 2012; Badinier et al., 2015; Galindo-Nava & Rivera-Díaz-del-Castillo, 2015);
- Un mouvement des dislocations mobiles générées lors de la transformation martensitique (Jo et al., 2017; Nakashima et al., 2007; Takenouchi et al., 2022);
- La présence de contraintes résiduelles de type-II introduites lors de la transformation martensitique (Hutchinson et al., 2018; Hutchinson et al., 2011; Hutchinson et al., 2015)

Dans le cas de la première hypothèse avancée, l'hétérogénéité des propriétés mécaniques des lattes de martensite entraînerait une accommodation hétérogène de la plasticité au sein de la microstructure. Ainsi, certaines lattes seraient assujetties à une déformation plastique, tandis que d'autres, aux propriétés mécaniques plus élevées, demeureraient élastiquement déformées. L'approche du composite continu (ACC) est basée sur cette hypothèse et elle a d'ailleurs connu un certain succès (Allain et al., 2012). En revanche, pour bien représenter le comportement élastoplastique de la martensite, cette approche demande un intervalle de propriétés mécaniques très important qui n'a pas été mesuré dans la littérature. En effet, entre la plus faible valeur de limite d'élasticité et 90% de la distribution, un facteur 6.25 est nécessaire pour bien lisser le comportement. Au contraire, un facteur 2.1 a plutôt été calculé entre des valeurs

de nanoduretés effectuées sur un nombre significatif de lattes de martensite de différentes tailles et transformées à partir de différents paquets de martensite (Morsdorf et al., 2015).

Concernant la seconde hypothèse, lors de la transformation ILD, il est vrai qu'une densité importante de dislocations est générée ($\approx 10^{15}/\text{m}^2$) (Berecz et al., 2016; Harjo et al., 2016; Krauss, 2001; Morito, 2003; Nakashima et al., 2007). Ces dislocations sont connues pour bloquer le mouvement des dislocations mobiles et augmentent considérablement la résistance mécanique de la martensite fraîche par durcissement structural (Winchell & Cohen, 1962). Cependant, certains auteurs sont en désaccord avec cette observation et proposent plutôt que la quantité importante de dislocations produites sont des dislocations mobiles qui favorisent le développement précoce de la plasticité dans la microstructure (Nakashima et al., 2007; Takenouchi et al., 2022).

Finalement, la troisième hypothèse propose un point de vue alternatif qui stipule que les contraintes résiduelles de tension de type-II produites lors de la transformation (Harjo et al., 2017; Hutchinson et al., 2018; Hutchinson & Brask, 2019) seraient la force motrice derrière le développement hâtif de la plasticité (Hutchinson et al., 2018). Ces contraintes résiduelles résultent d'une incompatibilité de déformations entre les lattes fraîchement transformées et la microstructure environnante (Morsdorf et al., 2015) et ont été mesurées expérimentalement (Archie et al., 2018). La mesure a démontré que des contraintes de tension (+ 256 MPa) et de compression (-388 MPa) sont respectivement orientées dans la direction longue des lattes et dans la direction de la transformation martensitique.

Dans le but d'alimenter la réflexion sur le sujet, certains travaux abordant l'effet du revenu sur le comportement mécanique de la martensite en lattes ont aussi été revus. Ainsi, une fois revenu sous AC1², l'acier martensitique en latte retrouve une portion linéaire élastique plus importante et qualitativement attendue dans la plupart des aciers (Badinier et al., 2015; Hutchinson et al.,

² La température du début de la transformation austénitique

2015). La Figure 1.17 montre bien l'effet du revenu sur le comportement en traction d'un acier au carbone 4340.

Cette modification du comportement mécanique proviendrait de la relaxation des contraintes résiduelles de type-II. Les auteurs avançant que les contraintes résiduelles sont la force motrice derrière la microplasticité proposent que leur relaxation réduit la CCR sur les plans denses et augmente proportionnellement la contrainte nécessaire à l'écoulement des lattes de la microstructure (Hutchinson et al., 2018). En contrepartie, certains auteurs proposent plutôt que le revenu permet aux dislocations présentes dans la microstructure brute de trempe de se réorganiser et aux carbures de précipiter, ce qui entraînerait une augmentation de la limite d'élasticité (Badinier et al., 2015).

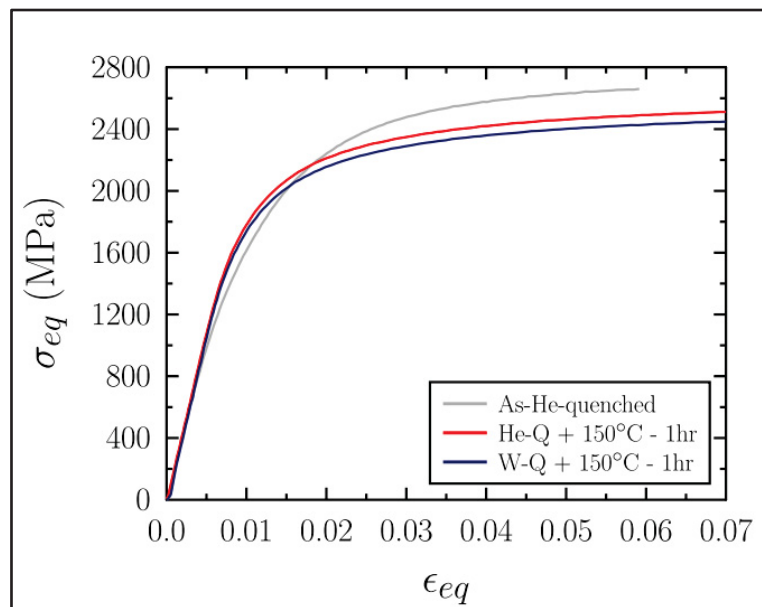


Figure 1.17 - Comparaison des courbes de traction d'un acier 4340 trempé et trempé et revenu. Les termes He-Q et W-Q signifient *Helium* et *Water Quenched*
Tirée de Badinier et al. (2015)

Finalement, lorsque la température du revenu est supérieure à AC_1 , il est possible d'observer le retour d'une microplasticité précoce lors d'un essai de traction. De manière similaire à celle observée à l'état brute de trempe, cette microplasticité est présentée à la Figure 1.18 et mise en

évidence par la comparaison avec un modèle de Ramberg-Osgood lors d'un essai de traction dans l'acier UNS S41500 doublement revenu. La flèche en rouge estime le début de la divergence avec le comportement élastique³.

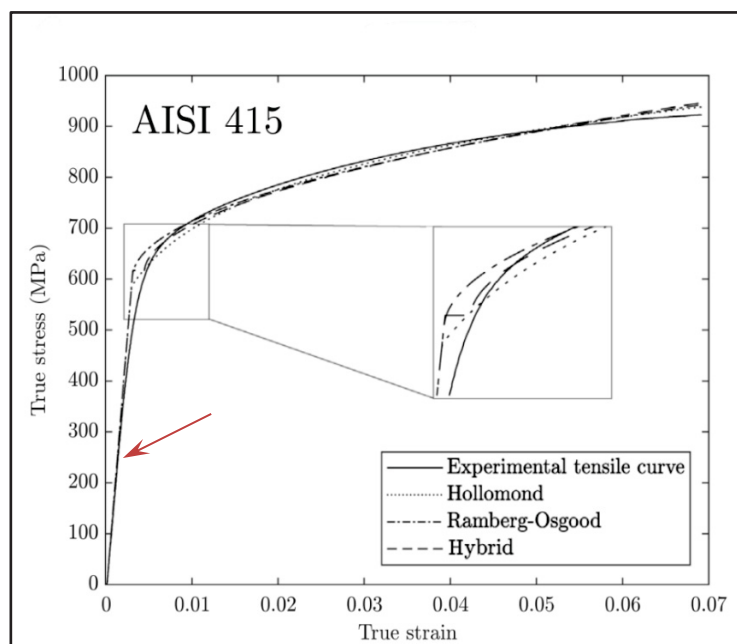


Figure 1.18 – Comportement mécanique en traction d'un acier UNS S41500 doublement revenu et comparé avec différents modèles. La flèche en rouge représente une approximation du point de divergence avec le régime linéaire élastique
Tirée de Turcot et al. (2022)

Il serait simple d'avancer que l'austénite reformée est responsable de ce comportement, mais ce dernier a aussi été observé dans la nuance brute de trempe.

L'absence de consensus concernant le développement d'une microplasticité à faible charge lors d'un essai de traction s'est traduit en une motivation pour étudier ce phénomène et il sera abordé dans le chapitre 4 de cette thèse. Aussi, aucune explication n'est actuellement proposée pour expliquer la similitude entre les comportements non-linéaires avec et sans austénite reformée.

³ Insérée par l'auteur et représente une approximation

1.4 La simulation de la martensite en lattes par la MPCEF dans la littérature

Cette section permet d'apprécier les avancées en matière de modélisation du comportement mécanique de la martensite en lattes depuis le début dans années 2000.

Une des premières simulations du comportement mécanique de la martensite par la MPCEF fut proposée par Hatem et Zikry (Hatem & Zikry, 2009). Leurs travaux abordaient le développement de bandes de glissement macroscopiques, *shear-strain localization*, dans lesquelles la déformation était localisée et menait à la rupture. Leur modélisation comprenait un ensemble de caractéristiques propres à la microstructure martensitique, telles que la présence de blocs et de paquets formés par une tessellation de Voronoy et dont les interfaces respectaient la relation d'orientation de K-S. La microstructure comportait 40 blocs distribués dans 10 paquets. Une illustration du maillage est présentée à la Figure 1.19.

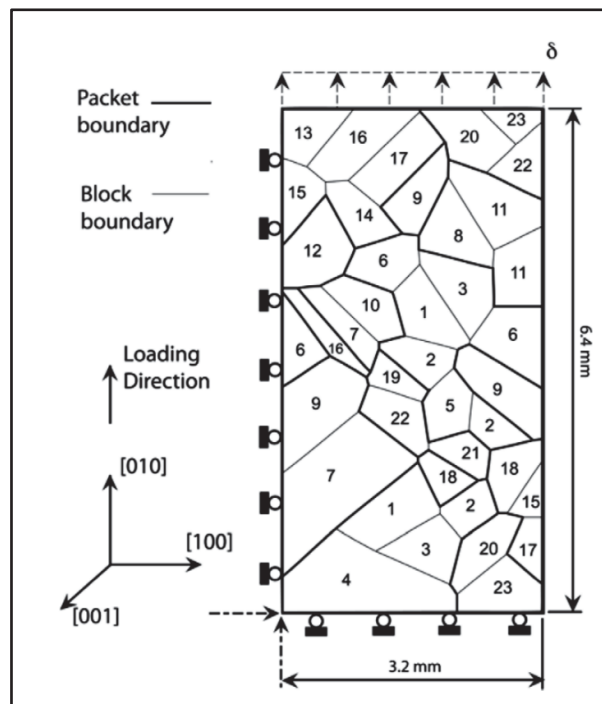


Figure 1.19 - Maillage synthétique en 2D d'une microstructure martensitique produit par une tessellation de Voronoy comprenant des blocs et des paquets de martensite
Tirée de Hatem & Zikry (2009)

La relation constitutive d'écoulement utilisée dans cette toute première simulation était basée sur la dynamique des dislocations et précédemment développée par Zikry et collab. (Ashmawi & Zikry, 2000; Zikry & Kao, 1996). Comme mentionné auparavant, cette loi utilise plusieurs paramètres, treize au total. Pour donner un aperçu de l'allure générale d'une relation basée sur la dynamique des dislocations, voici les équations de la relation constitutive de l'écoulement plastique utilisée par les auteurs :

$$\dot{\gamma}^\alpha = \dot{\gamma}_{ref}^\alpha \left[\frac{\tau^\alpha}{\tau_{ref}^\alpha} \right] \left[\frac{|\tau^\alpha|}{\tau_{ref}^\alpha} \right]^{\frac{l}{m}-1} \quad (1.37)$$

Avec $\dot{\gamma}_{ref}^\alpha$ et τ_{ref}^α , équivalents à $\dot{\gamma}_0^\alpha$ et s^α , respectivement.

L'augmentation de la résistance au glissement est modélisée en incorporant la densité de dislocations immobiles, ρ_{im} , comme paramètre d'écrouissage :

$$\tau_{ref}^\alpha = \tau_y^\alpha + Gb \sum_{\xi=1}^{nss} a_\xi \sqrt{\rho_{im}^\xi} \quad (1.38)$$

où G représente le module du cisaillement, b , la norme du vecteur de Burger, τ_y^α la résistance statique au cisaillement, nss , le nombre de systèmes de glissement ξ , a_ξ , la matrice d'interaction d'écrouissage et ρ_{im}^ξ , la densité de dislocations immobiles sur ξ .

L'évolution des dislocations sur les systèmes de glissement est modélisée par les équations suivantes :

$$\frac{d\rho_m^\alpha}{dt} = \dot{\gamma}^\alpha \left(\frac{g_{sour}}{b^2} \left(\frac{\rho_{im}^\alpha}{\rho_m^\alpha} \right) - \frac{g_{minter}}{b^2} \exp\left(-\frac{H}{kT}\right) - \frac{g_{im}}{b} \sqrt{\rho_{im}^\alpha} \right) \quad (1.39)$$

$$\frac{d\rho_{im}^\alpha}{dt} = \dot{\gamma}^\alpha \left(\frac{g_{minter}}{b^2} \exp\left(-\frac{H}{kT}\right) + \frac{g_{im}}{b} \sqrt{\rho_{im}^\alpha} - g_{recov} \exp\left(-\frac{H}{kT}\right) \right) \quad (1.40)$$

avec g_{sour} , un paramètre définissant l'augmentation de la densité de dislocations mobiles provenant des sources (ex. : Frank-Read (Frank & Read, 1950)), g_{minter} , un paramètre relié au piégeage des dislocations provoqué par l'interaction avec l'enchevêtrement de dislocations sur le plan de glissement, le glissement croisé, *cross-slip*, autour de certains obstacles ou l'interaction des dislocations entres-elles, g_{recov} un paramètre relié au réarrangement ou à l'annihilation des dislocations immobiles, g_{im} , un paramètre définissant l'immobilisation des dislocations mobiles. Les autres paramètres indépendants de l'interaction des dislocations sont, H , l'enthalpie d'activation du mouvement des dislocations et k , la constante de Boltzmann.

Le nombre important de paramètres présents dans les lois constitutives basées sur la dynamique des dislocations soulève des questions par rapport à l'unicité de la solution lorsque ceux-ci sont déterminés par optimisation numérique. Il est aussi possible de se demander si chaque paramètre modélise vraiment le comportement de, par exemple, le recouvrement relié au réarrangement des dislocations.

Pour ces raisons, il est plus avisé, et surtout réaliste, d'extraire les paramètres constitutifs d'une loi phénoménologique en raison de la quantité limitée de microéprouvettes pouvant être fabriquées et testées dans un laps de temps raisonnable.

Une seconde étude utilisant un maillage similaire et une loi constitutive dans laquelle la densité de dislocations aux joints de grains fut intégrée a permis de modéliser l'observation expérimentale du développement et l'accumulation de bandes de glissement près des frontières de blocs fortement désorientés (Shanthraj & Zikry, 2013) observée une dizaine d'années avant (Morito, Tanaka, et al., 2003). Les auteurs expliquent le développement de ces bandes de glissement par l'accumulation de dislocations aux joints de blocs.

Bien que la représentativité de la microstructure ne soit pas abordée explicitement dans le document, il est important de mentionner que l'aspect simpliste de la microstructure schématisée à la Figure 1.19 est justifié par l'absence de technique de caractérisation microstructurale en 3D à cette époque. En effet, les microscopes équipés de sondes ioniques

focalisées au plasma n'étaient pas encore disponibles et la caractérisation microstructurale était majoritairement faite à partir d'une surface. Encore aujourd'hui, le comportement mécanique macroscopique de la martensite en lattes est modélisé à partir de microstructures réalistes, mais caractérisées en 2D par EBSD (Briffod, Shiraiwa, et al., 2023).

En revanche, certains scientifiques ont fait l'effort de modéliser la microstructure de microéchantillons de tension pour étudier le comportement mécanique à l'échelle de la microstructure (Maresca et al., 2014b, 2016). Malgré cette avancée intéressante, la microstructure fut reproduite à partir d'une seule face, puis extrudée pour en faire un volume. La Figure 1.20 présente le maillage utilisé. La représentation réaliste de la microstructure en 3D demeure, encore à ce jour, un enjeu important. Ce verrou technologique a d'ailleurs motivé Mosayebi et al. à entreprendre un travail de caractérisation de la microstructure en 3D par la technique du sectionnement en série (Mosayebi, Deschênes, et al., 2025; Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tòn-Thât, & Bassim, 2025; Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tòn-Thât, Huang, et al., 2025). Les courbes de traction résultant de ces simulations sont présentées à la Figure 1.21.

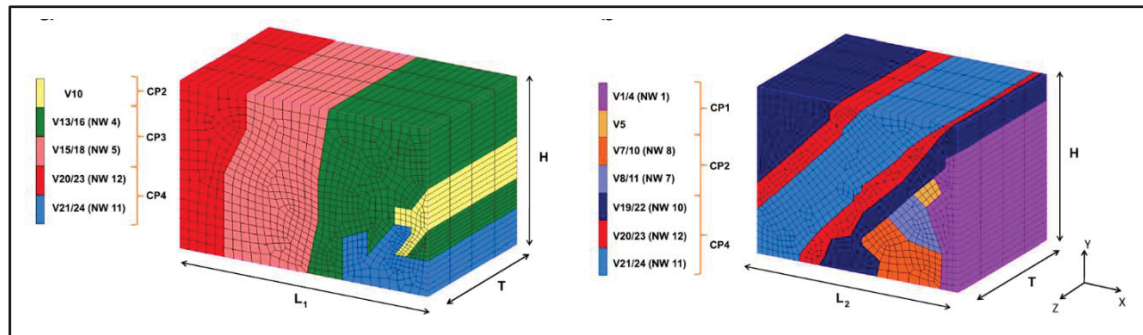


Figure 1.20 - Illustrations des maillages utilisés pour simuler le comportement élastoplastique de la martensite en lattes. Les différentes couleurs utilisées mettent en évidence les variantes présentes dans les essais de microtraction effectués par Mine et al. (2013). Les dimensions sont $L_1 = 32.14 \mu\text{m}$, $L_2 = 26.32 \mu\text{m}$, $H = 20 \mu\text{m}$ et $T = 20 \mu\text{m}$. La configuration MP1 est représentée à gauche, et MP2, à droite
Tirée de Maresca et al. (2014b)

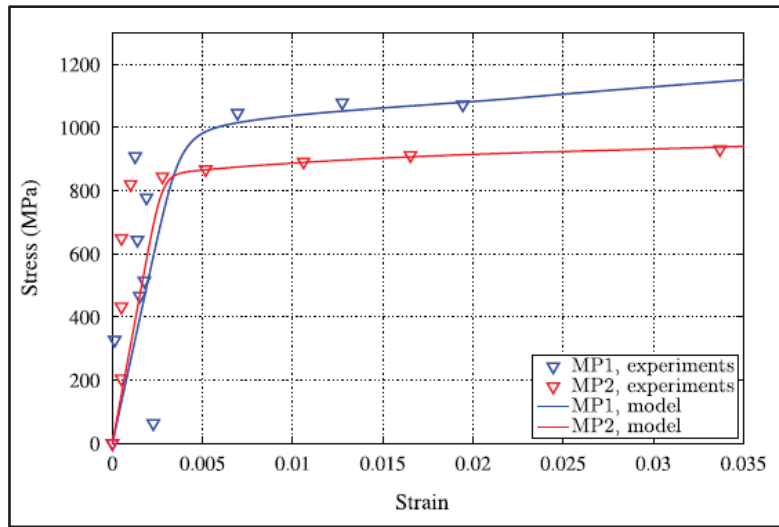


Figure 1.21 - Courbes de traction obtenues par MPCEF. La courbe bleue représente l'éprouvette MP1 et la rouge, la MP2
Tirée de Maresca et al. (2014b)

La Figure 1.20 introduit bien la prochaine étude qui, uniquement au niveau de la représentativité microstructurale, fut marquante dans le domaine de la modélisation de la martensite. En effet, bénéficiant des travaux expérimentaux de Mine et al. sur le comportement micromécanique de la martensite en lattes (Mine et al., 2013), Maresca et al. ont modélisé la déformation de microéchantillons (Maresca et al., 2014b). En utilisant une loi constitutive phénoménologique, bonifiée par la présence de l'effet non-Schmid présente dans les réseaux BCC (Yalcinkaya et al., 2008), les auteurs ont proposé qu'un taux d'austénite de 5% permettait de rationaliser la courbe σ - ϵ mesurée expérimentalement par Mine et al. et d'expliquer l'anisotropie du comportement mécanique observée expérimentalement. En effet, les mêmes auteurs ont proposé que l'austénite, possédant des propriétés mécaniques plus faibles que la martensite, jouait le rôle d'un *film graisseux* entre les lattes de martensite (Maresca et al., 2014a). En revanche, la microstructure produite par le traitement thermique de Mine et al. était pleinement martensitique. Cette observation soulève donc des questions quant à la justesse des simulations et sur l'influence de l'austénite résiduelle sur le comportement mécanique de la martensite brute de trempe.

Ce constat renforce le choix initial de cette thèse qui propose d'extraire les propriétés mécaniques de la martensite en lattes lorsqu'elle est brute de trempe. Une fois que l'ensemble des mécanismes influençant la plasticité de la martensite sera compris sans la présence d'austénite, cette dernière pourra être intégrée dans les modélisations si l'un réussit à mesurer ses propriétés mécaniques.

Peu de temps après, des travaux expérimentaux et de simulations ont démontré l'influence de l'orientation du chargement sur le comportement mécanique de la martensite en lattes, et ce, sans présence significative d'austénite résiduelle (Kwak et al., 2016). La composition de l'acier modélisé présentait une faible teneur en carbone (0.13C %wt) et était faiblement allié. À la suite d'une austénitisation à 1175 °C pendant 120 secondes, suivi d'une trempe à l'eau, la microstructure était pleinement martensitique. En attribuant des propriétés mécaniques différentes à certains systèmes de glissement, les auteurs sont parvenus à rationaliser l'anisotropie du comportement mécanique observée expérimentalement, voir la Figure 1.22. Les systèmes de glissement qui présentaient une CCCR plus faible, Figure 1.22 a), étaient ceux orientés de façon parallèle au plan de transformation parent, ce qui suggère que des fragments d'austénite résiduelle pourraient être la cause de cette anisotropie. Le glissement provoqué par cette configuration est appelé *In-habit-plane slip*, avec une CCCR de 370 MPa et inversement, celui respectant la loi de Schmid, le *Out-of-plane slip*, avec une CCCR de 470 MPa. Le taux d'écroutissage initial, h_0 , est aussi influencé i.e 200 MPa vs. 100 MPa pour la configuration *In-habit-plane*. Une schématisation des différentes configurations est présentée à la Figure 1.23.

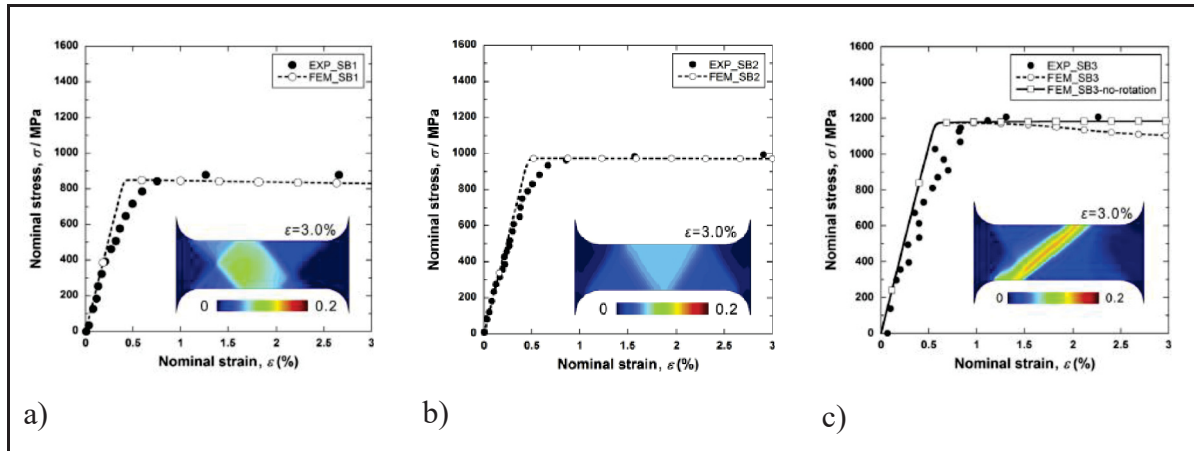


Figure 1.22 - Confrontation des simulations par MPCEF aux courbes de traction expérimentales produites à partir d'éprouvettes de microtraction. Mise en évidence du comportement anisotrope de la martensite en lattes : a) configuration *In-Habit-Plane*, b) et c) configuration *Out-of-Habit-Plane*
Tirée de Kwak et al. (2016)

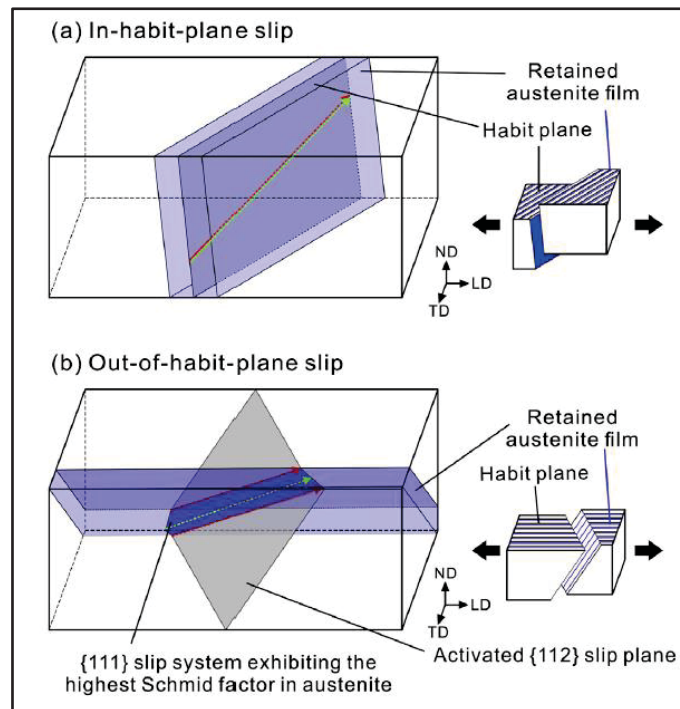


Figure 1.23 - Illustration des configurations a) *In-habit-plane*, et b) *Out-of-habit-plane slip* dans la martensite en lattes. Les plans en mauve représentent les plans parents et les flèches en rouge et vert, les directions communes de glissement dans la martensite et l'austénite, respectivement

Tirée de Kwak et al. (2016)

Tout récemment, une étude a tenté d'intégrer dans une même simulation, l'anisotropie du comportement mécanique des lattes, une microstructure 2D synthétisée à partir d'une numérisation par EBSD et la présence d'éléments d'interface. Cette modélisation est l'une des plus réalistes en termes de représentation des mécanismes qui influencent la distribution et le développement de la plasticité dans la martensite (Briffod, Shiraiwa, et al., 2023). Une illustration du modèle, des caractéristiques du maillage et des résultats sont présentés à la Figure 1.22. Au total, 4 ensembles de paramètres ont été testés lors des simulations et ils sont présentés au Tableau 1.2.

Tableau 1.2 - Matrice des paramètres matériaux pour chaque simulation (M1-M4)
Tiré de Briffod, Shiraiwa, et al. (2023)

Model		τ_0^{in} [MPa]	τ_0^{out} [MPa]	τ_l [MPa]	b_l [MPa]	h_l [MPa]
M1		580	580	150	20,000	150
M2		240	720	150	20,000	150
M3	Bulk elem.	640	640	150	20,000	150
	GB elem.	213.3	640	150	20,000	150
M4	Bulk elem.	780	780	150	20,000	150
	GB elem.	260	780	0	0	0

Ainsi, pour reproduire un comportement mécanique expérimentalement observé, le développement de bandes de glissement près des interfaces et parallèles à celles-ci (Morsdorf et al., 2016), les auteurs ont introduit des éléments d'interfaces qui favorisent le glissement *in-lath*. Ce glissement, presque similaire au *in-habit-plane*, favorise le glissement dans la direction longue des blocs, et par le fait même, parallèle aux interfaces. La distribution de la déformation plastique simulée était ensuite comparée à celle mesurée expérimentalement par CIN.

Une distinction importante distingue la configuration *in-lath* de celle *in-habit-plane*, l'orientation du plan parent par rapport à ligne de chargement. Dans les deux cas, les lattes de martensite sont orientées de manière à maximiser le cisaillement par rapport à la direction du

chargement, mais uniquement la configuration *in-habit-plane* permet d'atteindre le maximum de cisaillement sur le plan parent.

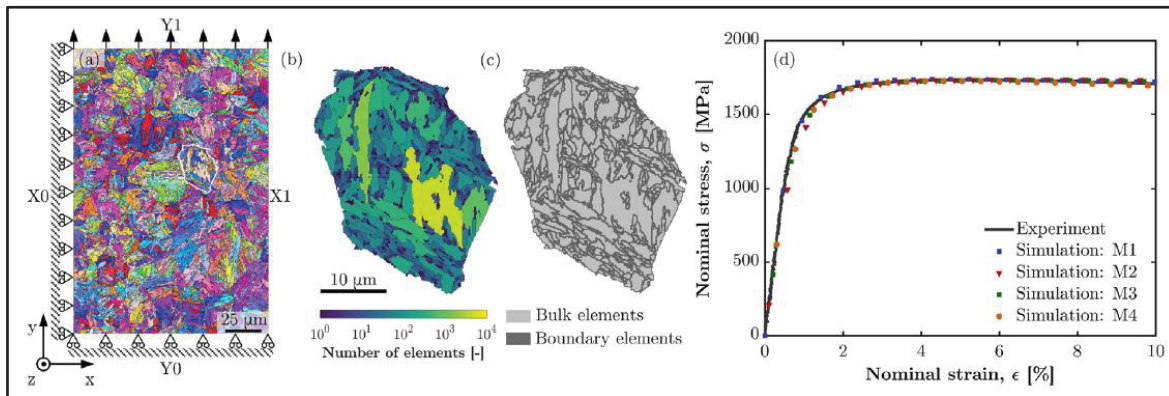


Figure 1.24 - Représentation de la microstructure sollicitée avec ses conditions frontières (à gauche), b) distribution du nombre d'éléments par blocs, c) type d'éléments utilisés et d), confrontation des résultats de simulation avec un essai de traction
Tirée de Briffod, Shiraiwa, et al. (2023)

La comparaison des résultats de simulation a montré que les configurations M3 et M4 représentaient mieux les mesures expérimentales effectuées par CIN. Cette observation suggère que la modélisation des interfaces est importante dans la représentation adéquate du développement de la plasticité dans la martensite. En revanche, les propriétés mécaniques de la martensite ont été calibrées à partir de la courbe de traction présentée à la Figure 1.24 d). Rappelons que cette unique courbe a permis de produire 4 ensembles de paramètres matériaux différents. Cette observation rend pertinente l'importance d'extraire directement les propriétés matériaux pour réduire l'incertitude des simulations.

Les différents travaux de modélisation précédents mettent en évidence plusieurs aspects importants à considérer pour bien représenter le comportement mécanique. Premièrement, l'anisotropie joue un rôle important dans le développement de la plasticité dans la martensite en lattes brute de trempe. Deuxièmement, la modélisation de l'austénite résiduelle semble améliorer la simulation de la martensite en lattes brute de trempe. En contrepartie, la teneur en austénite utilisée (5%) lors de la modélisation ne concordait pas avec la teneur réelle (< 1%). Il est donc probable que l'amélioration observée par les auteurs provenait du fait que

les propriétés mécaniques utilisées pour l'austénite ($CCCR = 265 \text{ MPa}$) représentaient l'influence d'un autre phénomène, tel que l'anisotropie des propriétés mécaniques. Finalement, la calibration d'un ensemble de paramètres matériaux à partir d'une courbe de traction peut générer plusieurs solutions.

Cette section se termine sur la revue d'une étude qui apporte une explication intéressante concernant le comportement particulier de la martensite en lattes brute de trempe lorsqu'elle est sollicitée en traction. En effet, comme discuté précédemment, plusieurs études ont remarqué le développement précoce d'une non-linéarité lors d'un essai de traction sur des éprouvettes à l'échelle macroscopique. La source de ce phénomène n'est toutefois pas encore bien comprise. Cependant, une modélisation par la MPCEF a permis de montrer que le comportement macroscopique est fortement modifié lorsqu'un contenu en contraintes résiduelles de type-II est introduit dans la microstructure. Les résultats, présentés à la Figure 1.25, montrent bien le développement de cette non-linéarité dans la courbe de traction, et ce, pour de faibles valeurs de déformation.

Malgré l'absence de la modélisation de l'anisotropie des propriétés mécaniques dans cette simulation, l'excellente comparaison avec la courbe expérimentale propose que les contraintes résiduelles de type-II puissent jouer un rôle significatif dans le développement précoce de la plasticité. D'ailleurs, en comparaison avec les autres simulations (Figure 1.21, Figure 1.22 et Figure 1.24), celle comprenant des contraintes résiduelles est la seule à bien lisser le comportement non linéaire. Les autres simulations montrent plutôt un comportement élastique linéaire conventionnel dès les premiers instants de la sollicitation.

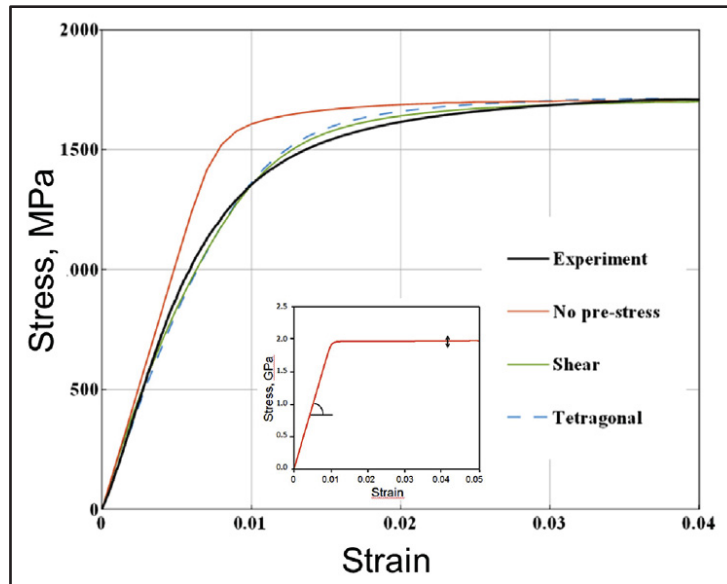


Figure 1.25 – Confrontation des résultats de simulations avec (courbe verte et bleu) et sans contraintes résiduelles (courbe rouge) à ceux de la courbe expérimentale en noir
Tirée de Hutchinson et al. (2018)

1.5 L'extraction des propriétés mécaniques par essais de microtraction instrumentés

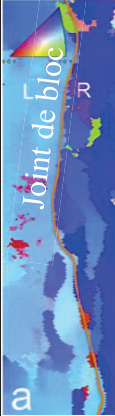
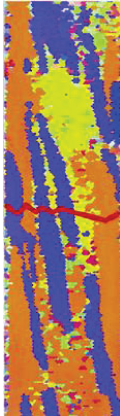
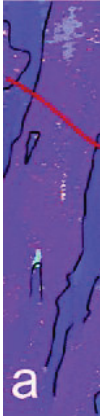
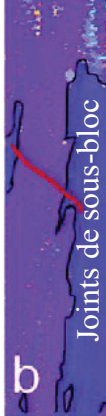
Cette dernière sous-section présente une revue de l'ensemble des travaux de microtraction effectués dans les trente dernières années. En premier lieu, l'objectif de cette section est de guider le travail expérimental, mais aussi de mettre en évidence des informations manquantes qui pourraient ultimement augmenter la précision des intrants (propriétés mécaniques) d'une loi d'écoulement plastique utilisée en MPCEF. Il est important de mentionner qu'il existe différentes méthodes de mesure des propriétés micromécaniques. En effet, la nanoindentation (Liu et al., 2015), la compression de micropoutre (Ghassemi-Armaki et al., 2013; Kodam et al., 2023), la flexion de micropoutre (Shibata et al., 2010) et certaines méthodes numériques, comme la méthode inverse (Turcot et al., 2022) sont disponibles dans la littérature. La plupart de ces méthodes ont été analysées, mais le meilleur choix semblait être la microtraction puisqu'elle produit un champ de déformation homogène dans le microéchantillon. Ainsi, à l'exception de quelques articles marquants dans la littérature, l'accent sera d'abord mis sur les études utilisant la microtraction.

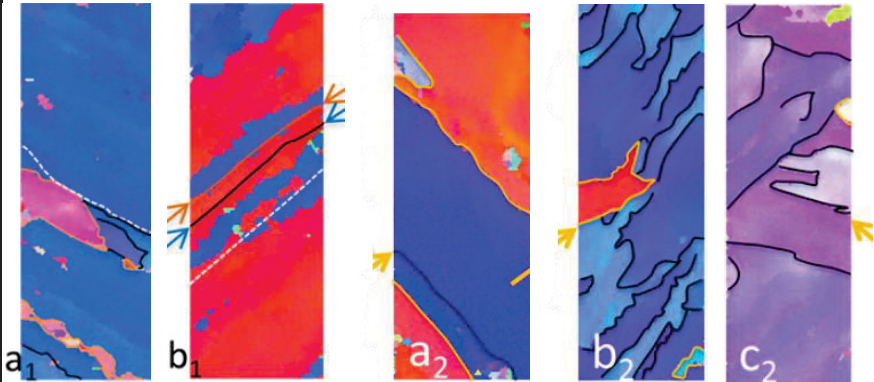
Les travaux de caractérisation micromécanique visant des structures spécifiques (blocs et paquets) de la martensite en lattes ont débuté par la sollicitation de micropoutres de flexion. Comme montré à la Figure 1.11, ces travaux ont démontré, hors de tout doute l'influence appréciable des interfaces interblocs sur la limite d'élasticité et le durcissement structural de la martensite. En revanche, la méthode utilisée pour mesurer les propriétés mécaniques repose sur une technique, qui, à cette échelle, génère un gradient de déformation important dans un échantillon de taille micrométrique. La même observation a d'ailleurs été faite dans une revue d'essais nano et micrométrique (Dehm et al., 2018). Ce gradient de déformation est connu pour augmenter la limite d'élasticité par génération de DGN générées pour accommoder la rotation du réseau cristallin (Fleck et al., 1994). Dès lors, en comparant la CCCR extraite dans un échantillon par microflexion (Shibata et al., 2010) et par une technique n'introduisant pas de gradient de déformation, par exemple un essai de microtraction (Du et al., 2016a), la différence des CCCR est d'environ 100%. Dans les deux cas, une interface séparant deux blocs était présente dans l'éprouvette.

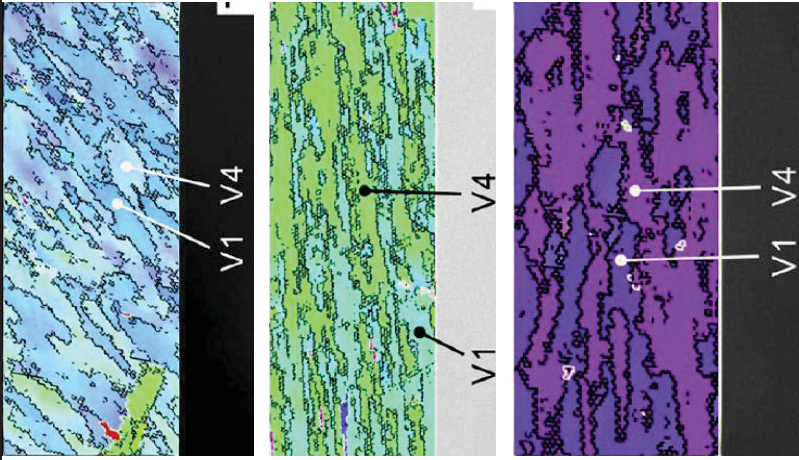
Il en découle que la technique de mesure des propriétés micromécaniques par essais de microflexion devrait être évitée. En contrepartie, elle peut renseigner qualitativement de l'influence des interfaces sur le comportement mécanique de l'alliage.

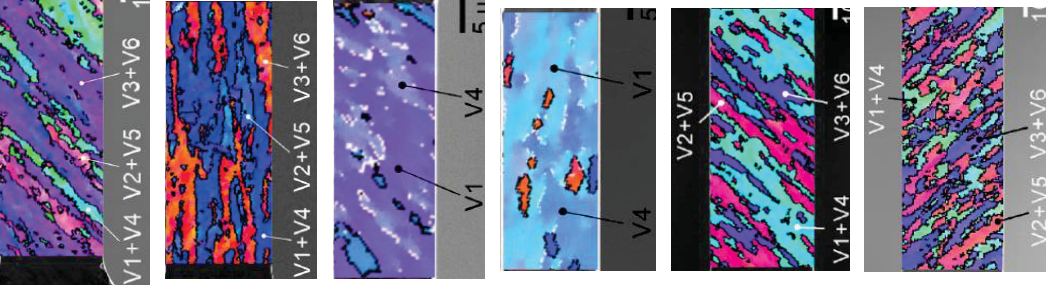
Par la suite, de nombreux articles ont étudié le comportement anisotrope de la martensite (Du et al., 2016b; Kwak et al., 2016; Kwak et al., 2022; Mine et al., 2013; Morsdorf et al., 2016; Ueki & Morito, 2025) et, l'introduction de ce phénomène a permis de mieux simuler le comportement de la martensite par la MPCEF. L'influence des interfaces sur les propriétés mécaniques a aussi été abordée (Du et al., 2016a; Mine et al., 2013). Le Tableau 1.3 fait état des efforts expérimentaux déployés dans les dernières années pour caractériser au mieux les propriétés mécaniques de la martensite en lattes. Le lecteur remarquera que malgré l'importante quantité de travail exécuté, aucune éprouvette de microtraction n'a été prélevée à même un bloc de martensite. D'après la revue de la littérature précédemment présentée sur la microstructure martensitique, cette structure présente la plupart des caractéristiques du monocristal qu'on pourrait retrouver dans un polycristal.

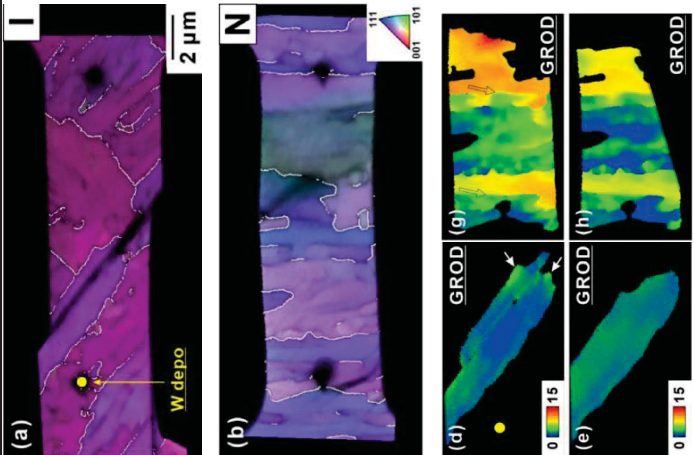
Ainsi, pour parvenir à modéliser convenablement le comportement mécanique de la martensite, il semble préférable de débiter avec les propriétés de base de la martensite en sollicitant un seul bloc dans différentes orientations pour s'assurer que les interfaces n'introduisent pas de changement dans les propriétés mécaniques de la martensite.

Auteurs	Objectif(s)	Matériau et conditions d'essai	Éprouvettes testées	Conclusion
(Du et al., 2016a)	Élucider le rôle distinct des joints de blocs et de sous-blocs sur le durcissement structural	0.092C–1.68Mn–0.24Si–0.57Cr Pleinement martensitique (Les lignes rouges représentent l'endroit où le bris a eu lieu)	      	- Dans une éprouvette contenant uniquement des interfaces de sous-blocs, le glissement plastique suit la loi de Schmid et la plasticité se développe sur le plan le plus contraint. - Une relation de Hall-Petch a été observée entre la CCCR mesurée et le nombre $\sqrt{n}$ de blocs ou $\sqrt{m}$ de sous-blocs. En revanche l'augmentation des propriétés mécaniques en fonction du nombre d'interfaces était plus faible dans le cas des sous-blocs avec une pente de 90 MPa, plutôt que 132 MPa pour les blocs. - Les plans de rupture des éprouvettes avec plusieurs blocs étaient tortueux indiquant l'incapacité des dislocations à traverser aisément les interfaces, en comparaison à celui des éprouvettes contenant plusieurs sous-blocs faiblement désorientés.

Auteurs	Objectif(s)	Matériau et conditions d'essai	Éprouvettes testées	Conclusion
(Du et al., 2016b)	Étudier le rôle des interfaces séparant les sous-structures de la martensite en lattes dans des configurations d'orientation où le glissement cristallographique ne croise pas les interfaces.	0.092C-1.68Mn-0.24Si-0.57Cr Pleinement martensitique		- Des observations ont montré que le glissement des interfaces est un mécanisme qui contribue de façon importante à la plasticité de la martensite en lattes et qu'il peut survenir sur tous les types d'interfaces : latte, sous-bloc et bloc. - Dans la plupart des cas testés, il constituait le mécanisme dominant d'accommodation par déformation plastique.

Auteurs	Objectif(s)	Matériau et conditions d’essai	Éprouvettes testées	Conclusion
(Kwak et al., 2016)	Analyser le comportement de la déformation d’un point de vue cristallographique pour élucider le durcissement structural de la martensite en lattes.	0.13C-0.25S-0.92Mn-0.02Ni-0.83Cr-0.18Cu-0.32Mo Pleinement martensitique		- La déformation plastique d’une éprouvette contenant un seul bloc de martensite (mais pouvant contenir des sous-blocs) dépendant de l’orientation du plan parent, <i>habit plane</i>, par rapport à la direction du chargement. - Les sous-blocs contribuent de façon importante au durcissement structural de la martensite et sont la source de l’anisotropie des propriétés mécaniques dans la martensite en lattes. - L’interface du plan parent contribue de façon significative au durcissement structural de la martensite en lattes.

Auteurs	Objectif(s)	Matériau et conditions d'essai	Éprouvettes testées	Conclusion
(Kwak et al., 2022)	Établir une corrélation entre la résistance mécanique et la dureté des sous-structures de la martensite en lattes dans des aciers à faible et moyenne teneur en carbone.	Acier faiblement allié avec teneur en carbone variant entre 0.0023 < C < 0.55 (% masse) Pleinement martensitique		- La déformation plastique dans les éprouvettes contenant des joints de blocs prélevés dans des aciers à faible et moyenne teneur en carbone est fortement dépendante de l'orientation du plan parent par rapport à la direction de chargement. C'est aussi le cas des éprouvettes ne contenant pas de joint de bloc. - Cette observation suggère que l'anisotropie provient du développement de cellules de dislocations pendant le premier instant de la déformation. - L'augmentation de la résistance par la présence de joints de blocs dépend majoritairement du nombre de joints plutôt que de la teneur en carbone ou autre ségrégation d'éléments solubles.

Auteurs	Objectif(s)	Matériau et conditions d'essai	Éprouvettes testées	Conclusion
(Ueki & Morito, 2025)	Étudier la déformation de la microstructure à travers l'interaction entre les dislocations contenues dans les lattes de martensite et les interfaces faiblement désorientées des blocs de martensite	0.0020C- <0.01Si- 1.50Mn- <0.005P- <0.001S-0.045Ti- 0.015Al, 0.0025B		- La CCCR du glissement <i>in-habit-plane</i> fut mesurée à 190 MPa par rapport à la valeur mesurée en <i>out-of-habit-plane</i> de 260 MPa. - Le glissement à l'interface du sous-bloc n'a pas provoqué de rotation de la maille, comme démontré par la mesure du GROD*, contrairement à la configuration <i>out-of-habit-plane</i> qui a engendré une rotation du réseau cristallin aux interfaces croisées par le glissement. * Le GROD (<i>Grain Reference Orientation Deviation</i>) est une métrique qui quantifie la désorientation entre un pixel et l'orientation moyenne du grain ou d'un pixel de référence.

1.6 Sommaire de la revue de la littérature

Cette revue de la littérature a abordé trois aspects importants du projet. Ils sont, 1) la simulation de métaux par la méthode des éléments finis en plasticité cristalline (Section 1.1) et son utilisation sur la martensite en lattes (Section 1.4), 2) les caractéristiques de la microstructure martensitique en lattes et sa cinétique de transformation (Section 1.2), et finalement, 3) l'extraction des propriétés mécaniques, pertinentes à la modélisation par MPCEF par essais de microtraction (Section 1.5).

Les listes de points suivants font état des connaissances importantes à retenir pour chaque thème abordé. Ainsi, les points importants à retenir concernant la simulation des métaux par la MPCEF sont :

- La simulation par MPCEF intégrant une loi constitutive de type phénoménologique, relativement à une loi d'écoulement dérivée de la dynamique des dislocations, est plus appropriée dans l'éventualité où les paramètres matériaux doivent être extraits directement par essais micromécaniques instrumentés;
- L'introduction de l'anisotropie des propriétés mécaniques lors de la simulation de la martensite en lattes par MPCEF améliore la comparaison avec les résultats expérimentaux;
- L'introduction des contraintes résiduelles de type-II dans une microstructure synthétique simulée par MPCEF permet une représentation fidèle du comportement mécanique observée sous tension quasi-statique.

En ce qui concerne les caractéristiques de la martensite en lattes brute de trempe, elles sont :

- À l'état brut de trempe, la martensite contient des traces d'austénite résiduelle sous la forme de minces films présents aux interfaces des lattes. Ces films sont alignés avec le plan parent;
- Les lattes de martensite se transforment de manière séquentielle. Les grosses lattes se transforment en premier. Les dernières, plus fines, sont plus contraintes par la microstructure avoisinante et présentent des KAMs plus élevés que leurs pairs ayant transformé dès M_s ;
- La sollicitation d'un seul bloc de martensite revient à extraire le comportement mécanique moyen d'un ensemble de lattes;
- Des mesures de contraintes résiduelles de type-II ont montré qu'à température ambiante, la martensite est fortement contrainte. Ces contraintes varient entre -388 MPa en compression dans la direction de la transformation et de +256 MPa dans la direction longue des lattes de martensite;
- Les blocs de martensite sont composés d'un ensemble de lattes faiblement désorientées ce qui en fait de bons candidats pour l'extraction des propriétés mécaniques intrinsèques de la martensite en lattes;
- La taille des sous-structures ne semble pas influencer l'initiation de la microplasticité (non-linéarité) observée lors d'essais de traction quasi-statiques;
- Il ne semble pas y avoir de consensus quant à la (aux) source(s) produisant le comportement non linéaire de la martensite à faible charge pendant un essai de traction. Elles sont :

- Une forte hétérogénéité des propriétés mécaniques de lattes de martensite;
- Le mouvement des dislocations mobiles générées par la transformation de phase;
- La présence de contraintes résiduelles de type-II introduites lors de la transformation de phase.

- Un revenu de la martensite brute de trempe sous AC1 augmente la limite d'élasticité proportionnelle et permet le retour de la portion linéaire élastique jusqu'à la limite d'élasticité mesurée à 0.2% de déformation;
- Un revenu de la martensite brute de trempe à des températures favorisant la formation d'austénite reformée favorise le développement de la microplasticité lors d'un essai de traction.

Finalement, les considérations importantes à retenir concernant la mesure des propriétés mécaniques sont :

- Aucune étude expérimentale ne s'est penchée sur l'extraction des propriétés mécaniques de la martensite en lattes à partir d'une éprouvette constituée d'un seul bloc de martensite ne contenant pas de sous-bloc. Cette information est cependant essentielle à la calibration juste d'une relation constitutive phénoménologique;
- La microflexion est une technique à éviter pour mesurer les propriétés micromécaniques. En effet, elle engendre un gradient de déformations qui doit être accommodé par la présence de dislocations géométriquement nécessaires dans l'éprouvette. Ces dernières sont reconnues pour augmenter les propriétés mécaniques;
- L'anisotropie du comportement mécanique (*in-lath et in-habit-plane slip* vs. *out-of-lath ou out-of-habit-plane slip*) de la martensite en lattes est une caractéristique qui influence de manière importante le développement de la plasticité dans la microstructure. Malgré le manque d'étude concernant la nature propre du phénomène, sa présence pourrait être expliquée par la présence d'austénite résiduelle entre les lattes et la structure des cellules de dislocations;
- Les interfaces entre les différentes structures de la martensite sont des lieux qui favorisent le développement de la plasticité lors d'une configuration d'orientation de type *in-lath* ou *in-habit-plane slip*.

CHAPITRE 2

PROBLÉMATIQUE, OBJECTIFS ET MÉTHODOLOGIE

2.1 Problématique et objectifs spécifiques

La simulation du comportement mécanique de la martensite en lattes sous sollicitations variées par la MPCEF demande une connaissance des mécanismes d'accommodation de la déformation plastique au niveau de la microstructure. En effet, comme il a été mentionné dans la revue de la littérature, la confrontation des simulations avec les résultats expérimentaux est nettement améliorée par la présence de l'anisotropie des propriétés mécaniques (Briffod, Shiraiwa, et al., 2023) et la présence de contraintes résiduelles de type-II (Hutchinson et al., 2018; Hutchinson & Brask, 2019; Hutchinson et al., 2015). D'ailleurs, l'absence de consensus sur la présence de la non-linéarité à faible charge lors d'un essai de traction monotone dans la nuance brute de trempe soulève un questionnement quant à la nature de ce mécanisme d'accommodation. Il sera d'ailleurs démontré dans ce chapitre que l'acier utilisé lors de la fabrication des roues d'eau, le CA6NM revenu à une température de 605 °C (max) pendant 6 heures (min), contenant environ 15% d'austénite reformée, développe la même non-linéarité à basse charge. Conséquemment, avant de débiter les travaux de simulation du comportement élastoplastique du CA6NM, il apparaît nécessaire de comprendre pourquoi se développe cette non-linéarité. Est-elle provoquée par la présence d'austénite reformée, de contraintes résiduelles, de l'anisotropie des propriétés mécaniques, des dislocations mobiles ou une combinaison de ces facteurs ? Au moins un de ces facteurs peut être retiré pour faciliter l'analyse, et il s'agit de l'austénite reformée. C'est pourquoi la nuance brute de trempe a été choisie pour mener à bien cette étude.

Ainsi, l'objectif principal de cette thèse devient :

- La caractérisation du comportement micromécanique de la microstructure martensitique en latte de l'acier inoxydable UNS S41500 à faible teneur en carbone dans l'état métallurgique brute de trempe.

Pour répondre à l'objectif général, les objectifs spécifiques de cette thèse sont :

1. L'extraction des propriétés mécaniques d'un ensemble de lattes de martensite (un bloc) par essais de microtraction;
2. L'étude du comportement non linéaire observé à basse charge lors d'une sollicitation quasi-statique en tension sur la nuance brute de trempe.

2.2 Méthodologie

2.2.1 Matériau

L'acier utilisé est l'équivalent corroyé du CA6NM, l'alliage coulé utilisé dans la fabrication des roues d'eau opérées par Hydro-Québec. Il ne contient pas ou très peu de ferrite delta et la présence de défauts de coulée est grandement diminuée par l'étape de laminage à chaud. Puisque la ferrite delta n'est pas discernable de la martensite par EBSD, sa présence aurait complexifié la caractérisation microstructurale servant à l'identification des candidats propices à la mesure des propriétés micromécaniques. Il est possible de retrouver cet alliage sous différentes appellations dont les nomenclatures varient largement⁴. Des travaux de caractérisation par essais de dureté (Turcot, 2022) et de traction (Hassanipour et al., 2016) effectués dans diverses directions ont montré que le UNS S41500 est un matériau isotrope puisqu'il ne possède pas ou très peu de texture préférentielle affectant les propriétés

⁴ UNS S41500 (USA), AISI / SAE 415 (USA), ASTM A240 Type 415 (USA), EN X3CrNiMo13-4 (Europe), AFNOR Z6CN13-04 (France), BS 425C11 (UK), JIS SCS5 (Japon), SS 2385 (Suède)

mécaniques macroscopiques. En effet, les mesures de dureté ont donné en moyenne une valeur de 26.5 HRC pour les directions L-T, T-L et S-T⁵. Dans le cas des essais de traction, la limite d'élasticité a varié de 725 à 705 MPa pour les directions L et T. Des observations métallographiques à partir de l'état tel que reçu, Figure 2.1, n'ont pas montré de variation significative des microstructures, ce qui est cohérent avec l'homogénéité des propriétés mécaniques.

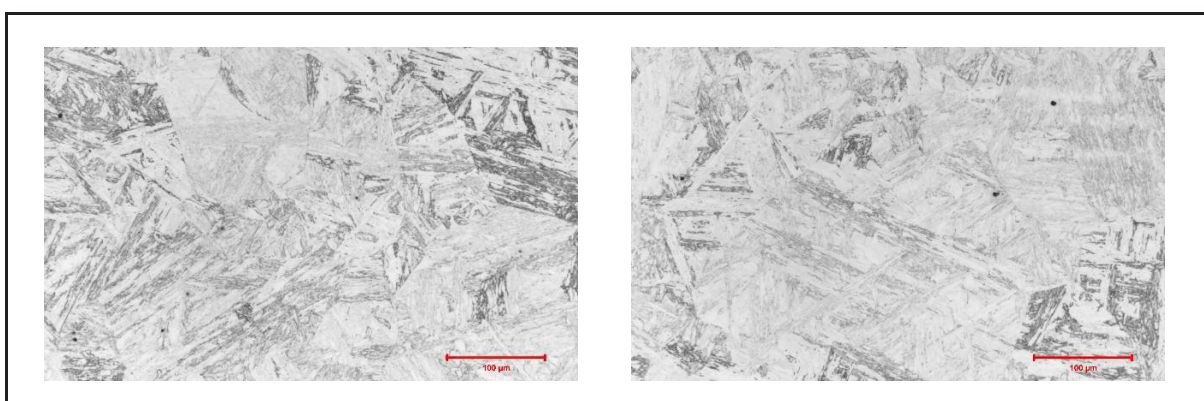


Figure 2.1 - Observation métallographique de l'acier UNS S41500 du fournisseur Go Carlson dans l'état tel que reçu. L'image de gauche représente la direction longitudinale et celle de droite, la direction transverse. Grossissement de 200X. La barrette rouge est de 100 μm

Attaquée au Vilelas
Courtoisie Carlo Baillargeon

L'ensemble des éprouvettes utilisées dans ce travail, toutes échelles confondues, proviennent de plaques de 2.5 pouces achetées en 2015 du fournisseur Go Carlson.

Les résultats de la caractérisation mécanique de l'acier dans l'état brut de trempe sont présentés à la section 2.2.3.1.

⁵ L : Longitudinal, T : Transversal, S : Normale à la surface

2.2.1.1 Composition chimique de l'acier et traitement thermique

Le Tableau 2.1 montre une comparaison entre la composition chimique fournie par Go Carlson (*mill test*), celle mesurée à l'IREQ et celle requise pour être considérée comme un acier UNS S41500 par la norme ASTM A240 (ASTM, 2012b).

Pour les analyses effectuées à l'IREQ, le carbone et le soufre ont été mesurés par essai de combustion à l'aide d'un appareil LECO CS844es. Le reste des éléments sont issus d'une analyse par *Glow Discharge Optical Emission Spectroscopy* (GDS) avec un appareil LECO 850A.

Tableau 2.1 –Compositions chimiques mesurées par Go Carlson et par l'IREQ en comparaison à celle demandée par la norme ASTM A240

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
ASTM A240	<0.05	<0.6	0.5-1.0	< 0.03	< 0.03	11.5-14	0.5-1.0	3.5-5.5
Go Carlson	0.014	0.46	0.8	0.014	0.001	12.06	0.63	4.45
IREQ	0.0182	0.53	0.69	0.017	0.0017	11.88	0.62	5.35

La microstructure brute de trempe a été produite à partir d'un traitement thermique d'austénitisation à 1050 °C pendant 1 heure sur une plaque de 18 x 10 x 2.5 pouces. Le refroidissement s'est fait de manière graduelle, jusqu'à la température ambiante, en laissant la porte du four entr'ouverte d'environ ½ pouce dès la fin du traitement thermique.

2.2.2 Premier objectif spécifique : L'extraction des propriétés mécaniques d'un bloc de martensite par essais de microtraction

La revue de la littérature a montré que l'extraction des propriétés micromécaniques d'un unique bloc de martensite n'a jamais été effectuée. Puisque ces propriétés sont nécessaires à la simulation par MPCEF pour représenter le comportement mécanique d'un ensemble de lattes, les sous-sections suivantes présenteront l'ensemble des étapes qui permettront d'atteindre cet objectif.

2.2.2.1 Préparation de l'échantillon *wedge*

La première étape consiste à usiner un échantillon communément appelé un *wedge*. Cet échantillon présente plusieurs avantages. Premièrement, sa tranche est très mince ce qui réduit le temps d'usinage par sonde ionique focalisée (SIF) une fois l'emplacement choisi pour y fabriquer une microéprouvette. Pour mettre les choses en perspective, la Figure 2.2 présente une schématisation de la bande balayée par EBSD, et une mise en perspective de l'épaisseur du *wedge* au niveau de la tranche dans une microstructure similaire à l'acier UNS S41500. L'épaisseur typique du *wedge* aux endroits où les microéchantillons sont usinés est mise en évidence par le tireté jaune. Le tireté blanc correspond à un bloc de martensite. Ainsi, une fois l'emplacement choisi, l'amincissement du microéchantillon est grandement réduit puisqu'une dizaine de microns sont généralement retirés pour atteindre l'épaisseur finale. Le second avantage du *wedge* réside dans le fait qu'il peut facilement être manipulé sans endommager les fragiles échantillons qui se trouvent à sa tranche. Il est donc possible de l'installer sur divers porte-échantillons sans équipements particuliers. Les plans sont disponibles à ANNEXE II.

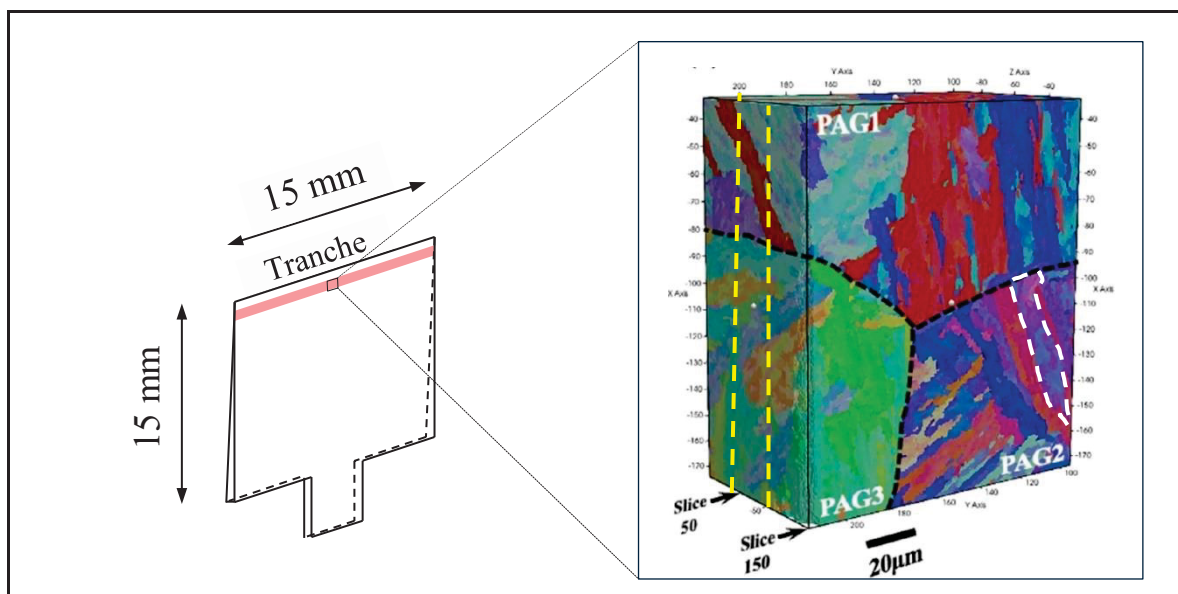


Figure 2.2 – (Gauche) Schématisation du *wedge* et de la zone caractérisée à la tranche. (Droite) représentation de l'épaisseur du *wedge* dans une microstructure similaire à celle du UNS S41500. Tirée de Mosayebi, Deschênes, et al. (2025). Les lignes jaunes représentent l'épaisseur approximative du *wedge* à une distance de 350 microns de la tranche du *wedge*, et le contour blanc, un bloc de martensite

La méthode d'usinage par décharge électrique (UDE) s'est révélée être la plus performante pour réaliser cette tâche. Une schématisation de la découpe du *wedge* est présentée à la Figure 2.3 à partir d'un bloc prélevé dans la microstructure. Sa forme particulière permet de découper plusieurs *wedges* rapidement, un peu comme des tranches d'un pain. Une méthode par polissage mécanique successif a aussi été testée, mais elle s'est avérée être plus compliquée et moins précise que l'UDE. Cette méthode ne sera donc pas décrite dans ce document.

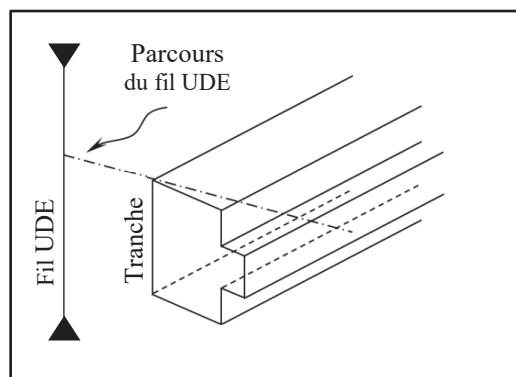


Figure 2.3 - Illustration de la découpe du wedge avec un angle d'environ 1.5° à partir d'un échantillon prélevé de la microstructure

Le wedge est ensuite poli, ce qui permet d'identifier les candidats par EBSD dans les régions d'intérêt. Cette étape demande une attention particulière puisque les éprouvettes de microtraction seront usinées directement à partir de la surface préparée. Autrement dit, une région de la surface du *wedge* deviendra la surface d'un échantillon micrométrique. Il est donc impératif que l'écrouissage provoqué par la préparation de l'échantillon soit minimal. En effet, un endommagement de la surface pourrait influencer le comportement mécanique local et altérer la mesure des propriétés mécaniques. Les étapes de la technique employée pour polir la surface du *wedge* utilisé pour atteindre le premier objectif spécifique sont présentées à l'ANNEXE III.

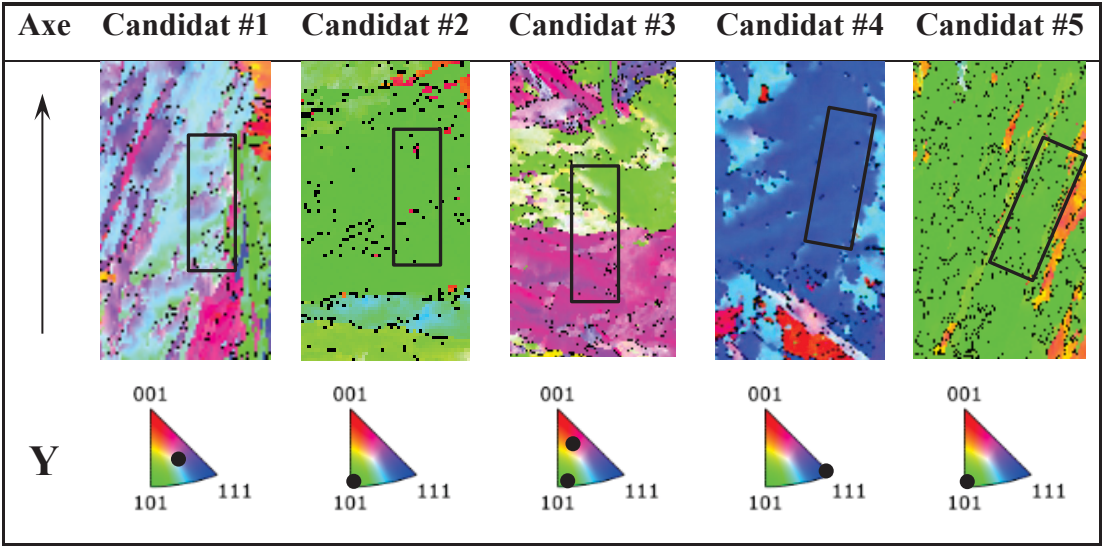
2.2.2.2 Choix des candidats

La recherche d'un candidat est généralement longue puisque tous les blocs ne sont pas de bons candidats pour l'extraction des propriétés mécaniques. Certains sont trop petits ou ne possèdent pas l'orientation cristallographique souhaitée. Il est malheureusement impossible d'évaluer les dimensions d'un bloc uniquement à partir de l'imagerie en électrons secondaires ou rétrodiffusés. L'observation visuelle de chaque balayage est donc requise pour déterminer si les dimensions du candidat sont suffisantes pour accommoder les dimensions de la section réduite de l'éprouvette. Les dimensions de la section réduite peuvent être accommodées en fonction de la taille du bloc, mais elles doivent respecter un critère dimensionnel. Ce critère permet d'établir les dimensions minimales pour s'affranchir d'une carence en dislocations sur les systèmes de glissement actifs. L'explication détaillée du phénomène ainsi que les calculs sont disponibles à la section 3.5.2.

En ce qui concerne l'orientation cristallographique, l'observation des figures de pôles inverses (FPI) permet d'évaluer l'orientation du réseau par rapport à un axe de chargement bien défini. Par exemple, en affichant le triangle de la FPI Y, l'observateur peut apprécier quels plans denses sont alignés avec la direction Y dans le repère du microscope. Dans cette étude, la majorité des éprouvettes sont alignées avec l'axe Y du microscope. Dans le cas des candidats #4 et #5, leur rotation par rapport à l'axe Y fut corrigée pour que les angles d'Euler utilisés pour calculer le facteur de Schmid reste cohérent avec l'orientation finale de sollicitation.

Vu la quantité limitée d'échantillons qu'il était possible de tester, les orientations présentées au Tableau 2.2 ont été privilégiées. Dans un souci de répétabilité, deux orientations (110) ont été choisies plutôt que de balayer l'ensemble des pôles du triangle *i.e* (001), (110), (111). La sollicitation d'une interface bloc-bloc a aussi été intégrée dans le protocole expérimental. En somme, les candidats retenus pour répondre au premier objectif spécifique furent choisis en fonction de l'homogénéité de la section d'intérêt, des orientations différentes permettant de balayer la quasi-totalité de la FPI Y et où les dimensions respectaient le critère dimensionnel.

Tableau 2.2 – Présentation des régions d’intérêts sollicitées et de leur orientation en FPI Y.
L’axe de sollicitation pointe directement vers le haut



2.2.2.3 Fabrication des microéchantillons

Les microéprouvettes de traction ont été fabriquées par la compagnie *MicroTesting Solution LLC* (MTSL). À l’époque, la fabrication de ce genre d’éprouvette n’était pas possible au Québec, voire au Canada. En revanche, Dr Robert Wheeler, chercheur au Wright Paterson Air Force Lab et fondateur de MTSL, avait déjà une expérience reconnue dans le domaine de la micromécanique.

Cette section contient des images illustrant les grandes étapes du procédé de fabrication. La fabrication d’une microéprouvette débute par l’usinage de deux fines tranches par sonde ionique focalisée au Galium (SIF-Ga) permettant de circonscrire la région d’intérêt (voir Figure 2.4)

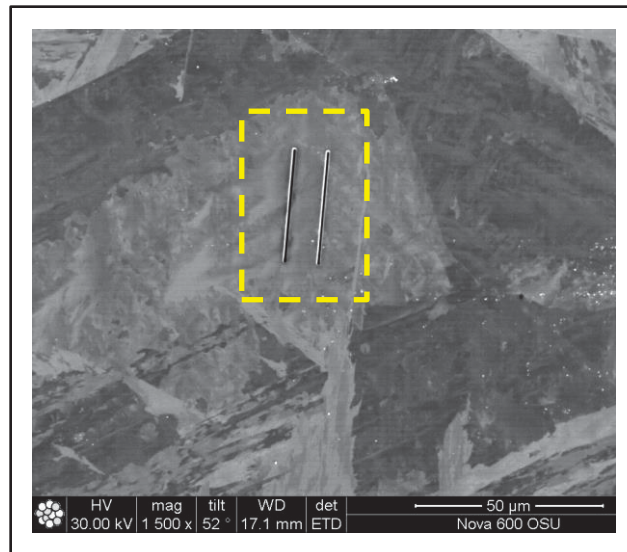


Figure 2.4 - Première étape de l'usinage d'une microéprouvette par sonde ionique focalisée au gallium

Une fois cette étape complétée, les étapes subséquentes consistent au dégrossissage de la matière entourant l'éprouvette et à l'usinage du trou de chargement. Cette étape est généralement effectuée en utilisant un courant élevé (21nA) à 30kV. Par la suite, la microéprouvette est orientée de façon à pouvoir l'amincir. Le point d'entrée du faisceau d'ions est mis en évidence par un rectangle tireté blanc à la Figure 2.5, qui présente une microéprouvette dans sa forme finale. Pour cette dernière étape, les conditions de la SIF-Ga sont de 2 nA à 30kV.

Pour de plus amples détails sur les étapes de fabrications, le lecteur est invité à consulter les documents suivants (Huang, 2023; Wheeler et al., 2015).

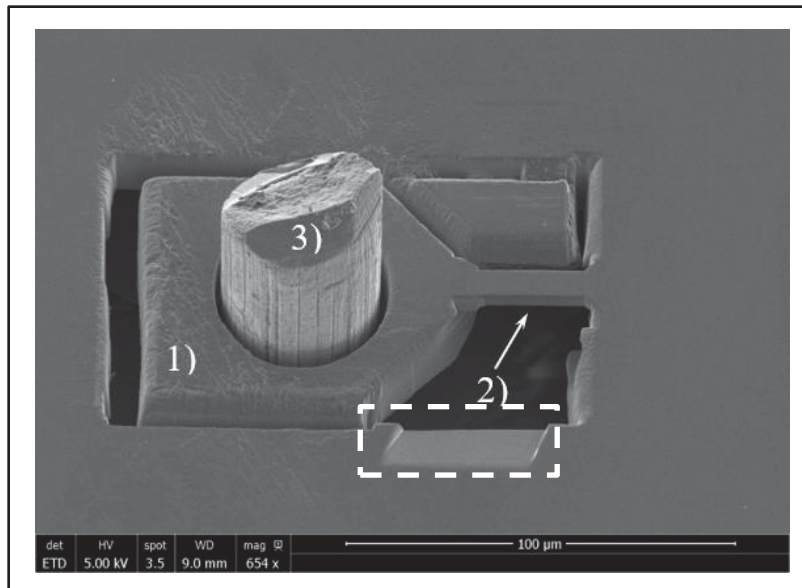


Figure 2.5 – Observation d’une éprouvette dans sa forme finale. 1) Le ligament de chargement, 2) la zone d’intérêt et 3), la pointe permettant d’appliquer le chargement. Le tireté blanc représente le point d’entrée de la SIF-Ga lors de l’amincissement

2.2.2.4 Essais mécaniques et mesure des propriétés micromécaniques

Les essais ont aussi été réalisés par MTS. Ils se sont déroulés à température ambiante en contrôle de déplacement quasi-statique. Le taux de déformation moyen, calculé à partir des paliers de déplacement croissants était d’environ $5.0 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ pour chaque éprouvette. Les déformations élastoplastiques ont été mesurées par corrélation d’images numériques (CIN) à partir d’une série d’images prises durant la phase de maintien. Selon la longueur de l’éprouvette, entre 60 et 100 images ont été captées lors de chaque essai afin d’assurer une mesure précise des déformations. Le détail de la séquence du test sera détaillé à la section 3.3.7.

La courbe contrainte-déformation (σ - ϵ) a été tracée à partir de la force enregistrée par le banc d’essai et la déformation mesurée par CIN, Figure 3.7. L’identification de la limite d’élasticité est dérivée de la méthode *Onset of Plasticity Relaxation Analysis* (OPRA) développée par Dr Wheeler et collab. (Pandey et al., 2016).

2.2.3 Second objectif spécifique : L'étude du comportement non-linéaire observé à basse charge lors d'une sollicitation quasi-statique en tension sur la nuance brute de trempe

Il a été démontré que les contraintes résiduelles de type-II influencent significativement le comportement élastoplastique de la martensite en lattes et que leur présence réduit l'écart entre les résultats de simulation et l'expérimentation. Il en est de même pour l'anisotropie des propriétés mécaniques des lattes. En revanche, il n'existe pas de consensus quant aux mécanismes sous-jacents menant au développement de la non-linéarité observée à basse charge. Conséquemment, le protocole expérimental proposé a pour objectif d'isoler la contribution de chacun de ces mécanismes.

En premier lieu, l'influence des contraintes résiduelles est étudiée en comparant le comportement en traction d'éprouvettes sollicitées à différentes échelles. En effet, il a été démontré dans la littérature que la diminution successive de lames minces réduit considérablement le contenu en contraintes résiduelles de type-II (Hutchinson & Brask, 2019). Les résultats obtenus sont ensuite comparés à ceux d'une éprouvette macrométrique revenue à 500 °C pendant 2 heures. L'objectif de cet essai est de comparer les résultats obtenus avec une seconde méthode reconnue pour diminuer le niveau de contraintes résiduelles (Hutchinson et al., 2015). Ces essais visent à déterminer si le comportement mécanique d'une nuance brute de trempe, à une échelle inférieure et relaxée de ses contraintes, peut redevenir comparable à celui d'une nuance revenue à l'échelle macroscopique, elle aussi, relaxée de contraintes résiduelles.

Un essai de traction a aussi été effectué sur une nuance microstructurale revenue à 620 °C pendant 2 heures. L'objectif de ce test est d'apprécier l'influence de l'austénite reformée sur le comportement mécanique et d'alimenter la discussion sur les travaux futurs.

En ce qui concerne l'influence de l'anisotropie des propriétés mécaniques, deux éprouvettes ont été testées. La première dans la configuration *in-lath slip*, où la direction longue des lattes de martensite est orientée à environ 45° par rapport au chargement, et l'autre, dans la configuration *out-of-lath slip*, qui impose aux dislocations de traverser une interface.

En somme, ce protocole permettra de quantifier l'effet des contraintes résiduelles et de l'anisotropie sur le comportement mécanique. En ce qui concerne le rôle des dislocations, une analyse quantitative avec des données disponibles dans la littérature permettra de juger de leur importance. L'emphase portera sur la relation de Hall-Petch et l'équation de Taylor qui caractérisent l'influence de la taille des grains et le contenu en dislocations sur la limite d'élasticité des métaux.

La prochaine section présente les résultats de caractérisation macroscopique du comportement mécanique en traction des nuances microstructurales testées. Cette caractérisation de base permet de mettre en évidence la non-linéarité discuté précédemment et l'influence des différents revenus sur la courbe de traction.

2.2.3.1 Caractérisation mécanique macroscopique

Les résultats des courbes de traction des éprouvettes, effectuées selon la norme ASTM E8 (ASTM, 2022), sont présentés à la Figure 2.6. Certaines répétitions n'ont pas été ajoutées à la figure puisque les courbes étaient superposées. Les flèches représentent les limites ultimes. En revanche, tous les essais sont tracés à la Figure 2.7, qui présente une vue rapprochée du comportement à basse charge. Pour ne pas surcharger le graphique, les limites d'élasticité à 0.2% de déformation n'ont pas été incluses. Elles sont, respectivement, 660 MPa, 825 MPa et 946 MPa pour la nuance revenue à 620 °C (2 h), celle brute de trempe et celle revenue à 500 °C (2 h).

Les mesures de dureté ont donné, en moyenne pour 5 essais, 31.3, 32.3 et 25.5 HRC pour la nuance brute de trempe, celle revenue à 500 °C 2 h et celle revenue à 620 °C 2 h, respectivement. L'ensemble des essais de dureté sont disponibles à l'ANNEXE IV.

Une synthèse des résultats est présentée au Tableau 2.3 et les écarts relatifs ont été calculés à partir des résultats de l'état brut de trempe. Les essais de relaxation à l'échelle macrométrique n'ont pas été répétés vu la superposition des courbes de traction.

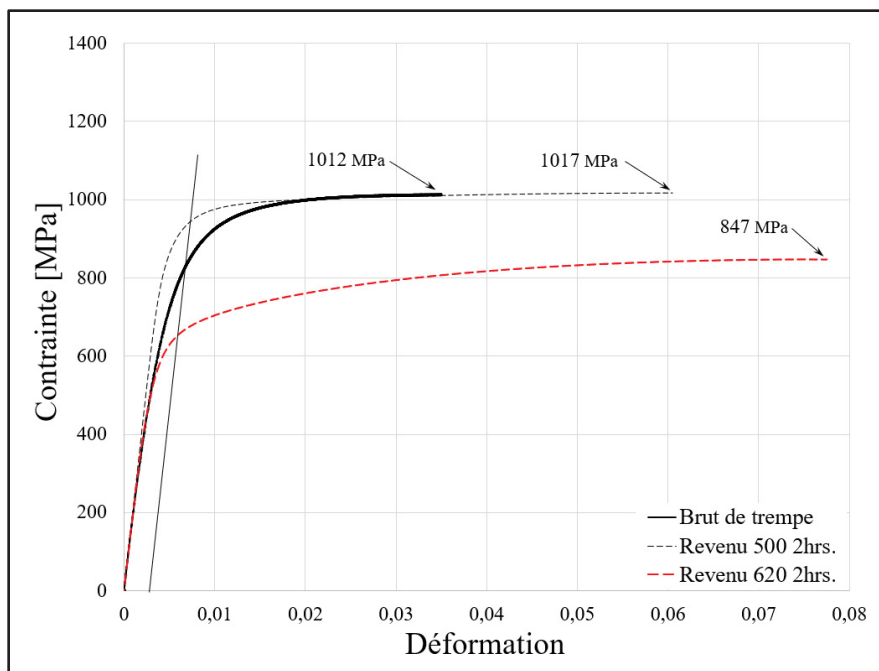


Figure 2.6 - Comparaison des essais de traction effectués dans différentes nuances microstructurales. Acier UNS S41500 testé à température ambiante

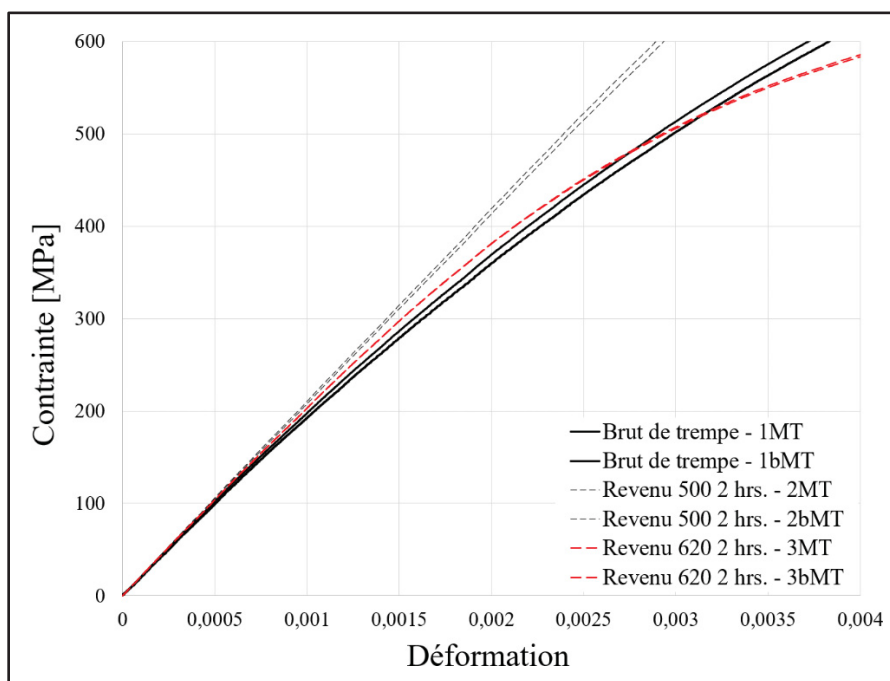


Figure 2.7 – Vue rapprochée des résultats d’essais de traction présentés à la Figure 2.6. La nomenclature utilisée pour identifier les essais est disponible au Tableau 2.5

Les essais de traction montrent, sans équivoque, que les propriétés mécaniques de l'acier UNS S41500 à l'état brut de trempe, 1050°C 1 h, sont plus basses que celles dont l'état est revenu à 500 °C 2 h. En effet, les limites d'élasticité proportionnelle et conventionnelle, l'UTS, ainsi que l'allongement à l'UTS sont inférieurs. À première vue cette comparaison est surprenante, mais ce résultat est bien documenté dans la littérature.

Tableau 2.3 - Synthèse et comparaison des résultats des essais mécaniques menés sur l'ensemble des nuances microstructurales à température ambiante

Nuances (Selon le traitement thermique)	Limite d'élasticité proportionnelle (OPRA) [MPa]	Limite d'élasticité de l'ingénieur (0.2%) [MPa]	Limite ultime [MPa]	Dureté [HRC]
1050 °C 1 h	151	825	1012	31.3
500 °C 2 h	512 (239 %)	946 (15%)	1017 (0.5%)	32.3 (3%)
620 °C 2 h	137 (-10%)	660 (-20%)	847 (-16%)	25.5 (-23%)

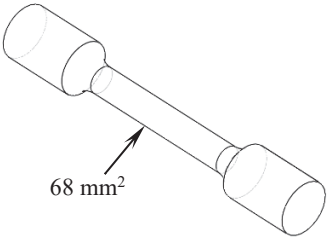
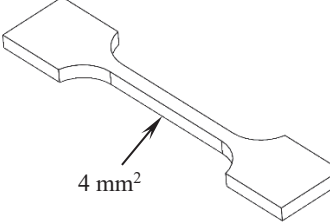
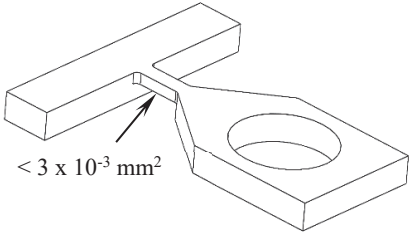
Quant à l'état revenu à 620 °C 2 h, elle a produit les propriétés mécaniques les plus faibles contre un gain important en allongement à l'UTS. Cette modification du comportement mécanique est attendue et attribuable à l'austénite reformée qui possède des propriétés mécaniques largement inférieures à celle de la martensite⁶. La similitude des comportements mécaniques à basse charge entre les microstructures à l'état brut de trempe et revenue à 620 °C 2 h sera abordée dans la discussion.

⁶ D'ailleurs, il est important de mentionner que le taux de refroidissement joue de manière significative sur la teneur finale en austénite reformée. Une comparaison qualitative a montré qu'un refroidissement rapide diminue la teneur en austénite (11.5%) et qu'un refroidissement lent permet d'atteindre des valeurs entre 15% et 18%. Discussion privée avec Jacques Lanteigne

2.2.3.2 Préparation des échantillons

Les éprouvettes macroscopiques ont été usinées à l'aide d'un tour conventionnel et leurs dimensions sont celles proposées dans la norme ASTM E8 encadrant les essais de traction (ASTM, 2022). Les éprouvettes millimétriques ont été fabriquées avec la méthode d'UDE. Aucun polissage n'a été effectué par la suite et les éprouvettes ont été testées avec le fini d'usinage UDE. Les éprouvettes micrométriques ont été mises en forme en utilisant une sonde ionique focalisée à plasma de Xenon (PFIB-Xe) au Centre Canadien de Microscopie Électronique (CCME). Contrairement aux microéchantillons fabriqués pour répondre au premier objectif spécifique, celles produites pour cette investigation ont été fabriquées par l'auteur au CCME. Les étapes de fabrication sont similaires à celles exposées plus haut. En revanche, l'électropolissage de la surface du *wedge* a été privilégié par rapport au polissage mécanique. Les détails de la préparation sont présentés à l'ANNEXE V. Le Tableau 2.4 présente l'ensemble des éprouvettes, leurs dimensions et la méthode de mise en forme.

Tableau 2.4 - Illustration des différentes éprouvettes, leurs dimensions et leur méthode de fabrication. (L = Longueur, W = Largeur, H = Épaisseur et D = Diamètre)

		
Macro	Milli	Micro
(L x D) [mm]	(L x W x H) [mm]	(L x W x H) [μm]
54 x 9.53	50 x 2 x 2	25 x 30 x (7 < H < 10)
<i>Tour conventionnel</i>	<i>UDE</i>	<i>PFIB-Xe</i>

2.2.3.3 La relaxation comme technique de caractérisation du comportement élastoplastique – Méthodologie OPRA modifiée.

La caractérisation du comportement mécanique est effectuée en mesurant la relaxation de la contrainte en déplacement ou déformation contrôlée. Cette technique est similaire à la méthode proposée par Pandey et collab. (Pandey et al., 2016), mais l'identification de la contrainte d'écoulement est calculée différemment. Le développement de la plasticité est mesuré à partir de la courbe que trace la relaxation de la contrainte dans le temps. La Figure 2.8 montre un exemple de cette relaxation pendant le maintien d'un essai sur une éprouvette macroscopique. La période de maintien fut arbitrairement choisie à 30 secondes, au minimum, pour chaque palier.

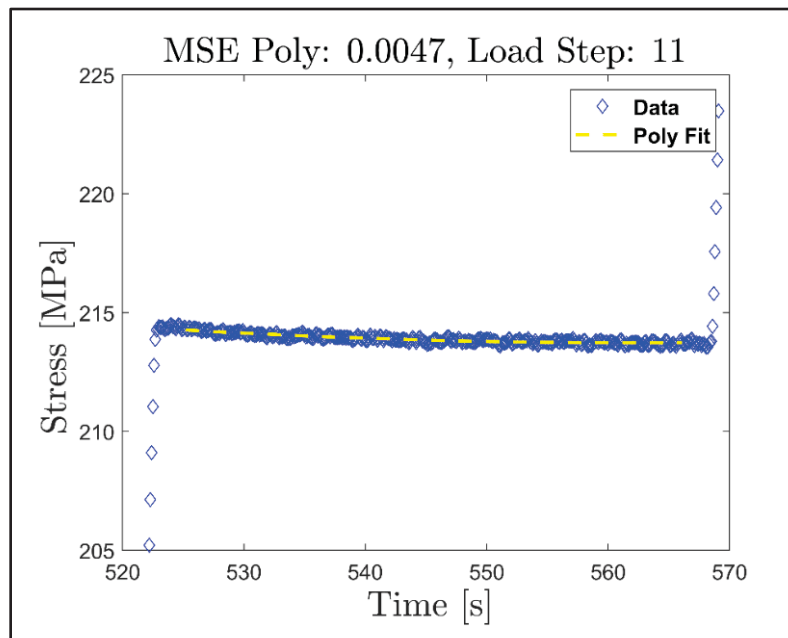


Figure 2.8 - Enregistrement de la contrainte lors du maintien de la déformation sur une éprouvette macroscopique. Les données σ - t sont représentées en bleues et la régression en tireté jaune

L'identification de la relaxation est faite en lissant l'évolution de la contrainte pendant la période de maintien. L'équation utilisée est de type $\sigma(t) = at^2 + bt + c$. De cette façon, lorsque le paramètre $b < 0$ et que $c > 0$, cela signifie que la portion décroissante de la quadrature, située

dans le second quadrant $(-x,+y)$, est utilisée pour lisser le segment. Cela indique que la contrainte décroisse pendant la période de maintien et que l'éprouvette subit une relaxation. La contrainte d'écoulement par relaxation plastique (ERP) est calculée comme :

$$ERP = \frac{\sigma_{i,Relax} + \sigma_{i-1,Relax}}{2} \quad (2.1)$$

La valeur de $\sigma_{i,Relax}$ est considérée comme valide lorsque le paramètre de lissage b d'un palier i devient négatif et que les deux périodes de maintien suivantes, $(i + 1)$ et $(i + 2)$, induisent également un lissage tel que b demeure négatif. Cette méthode se distingue de la méthode OPRA originellement publiée dans laquelle le développement de la plasticité est identifiée lorsque la relaxation, calculé en MPa/min, devient positive.

Pour les éprouvettes macroscopiques, la période de maintien a été contrôlée en déformation puisque des doutes ont été soulevés quant à la relaxation du montage pendant l'essai. De cette façon, même si le montage relaxe pendant l'essai, la contrainte appliquée sera ajustée pour garder la déformation constante dans l'éprouvette. Si cela survenait, le système enregistrerait une augmentation de la contrainte pour contrer cet effet. Au contraire, si l'éprouvette relaxe pendant l'essai, la déformation mesurée augmentera et la contrainte appliquée diminuera pour stabiliser la déformation dans l'échantillon. Selon les observations expérimentales, le second scénario a toujours eu lieu pendant les tests effectués.

En ce qui concerne les éprouvettes milli- et micrométriques, le maintien fut imposé en contrôle de déplacement. Dans les deux cas, des tests à la charge maximale sur des échantillons rigides, relative à chaque éprouvette, ont été effectués pour s'assurer que le montage ne relaxe pas pendant l'essai. En revanche, le microtensiomètre doit être introduit au minimum 12 heures avant l'essai dans l'environnement du laboratoire pour s'assurer de la thermalisation de la cellule de charge. Dans le cas contraire, une dérive du zéro initial de la cellule de charge est souvent observé.

2.2.3.4 Organisation des essais mécaniques

Le Tableau 2.5 présente le protocole expérimental planifié pour répondre au deuxième objectif spécifique. Les résultats des essais mécaniques sont présentés au Chapitre 4. La nomenclature des essais est définie comme : (# essai, échelle, Type d'essai mécanique). Par exemple, l'essai 1bMT représente un test de Traction sur l'éprouvette 1b à l'échelle Macroscopique.

Tableau 2.5 - Tableau des différents essais mécaniques réalisés pour répondre à l'objectif spécifique 2

Échantillons	Échelles	Nuances microstructurales	Essais mécaniques
1MT - 1bMT	Macro	Brute de trempe	Traction (ASTM)
2MT - 2bMT	Macro	Revenue 500 °C 2 h	Traction (ASTM)
3MT - 3bMT	Macro	Revenue 620 °C 2 h	Traction (ASTM)
4MR	Macro	Brute de trempe	Relaxation
5MR	Macro	Revenue 500 °C 2 h	Relaxation
6MR	Macro	Revenue 620 °C 2 h	Relaxation
7MiR	Milli	Brute de trempe	Relaxation
8MiR	Milli	Brute de trempe	Relaxation
9MicR	Micro	Brute de trempe	Relaxation
10MicR	Micro	Brute de trempe	Relaxation

CHAPITRE 3

MICROMECHANICAL PROPERTIES OF LOW-CARBON MARTENSITIC STAINLESS STEEL BY MICROTENSILE EXPERIMENTS

Deschênes, P.-A.^{a*}, Wheeler, R.^b, Paquet, D.^a, Lanteigne, J.^a, Serventi, A.M.^a, Tòn-Thât, L.^a, Champlaud, H.^c

^a Hydro-Québec, Institut de recherche d'Hydro-Québec, 1800 Lionel-Boulet, Varennes, Québec, Canada, J3X 1S1

^b MicroTesting Solutions LLC, Ohio State, USA

^c Département de Génie mécanique, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3

Article publié dans le journal « Material Science and Engineering A » en juin 2022

3.1 Abstract

This paper presents a detailed experimental approach to extract the critical resolved shear stress (CRSS) and the saturation stress of the elementary constituents of the microstructure of quenched S41500 martensitic stainless steel by conducting various microscopy observations and microtensile testing. To the authors' knowledge, the direct extraction of micromechanical properties of a single martensite variant by tensile testing has never been performed. However, the literature does propose studies that measured the mechanical properties of the bulk or small volumes containing a few variants. In this work, a particular attention is dedicated to the preparation of the specimens from the macro to the microscale, where final machining of test specimens was made using a Gallium Focused Ion Beam (Ga-FIB). In the present work, the CRSSs of {110}, {211} and {123} plane-related slip systems were directly measured. The post-experiment analysis showed no significant difference between the slip resistance of those planes. To relate this effort with previous work, a comparison with results from the literature was made using a similar testing procedure in lath martensite, revealing similar values of CRSS. The slip resistance saturation was also measured on different slip systems, and the data suggest a very similar hardening behavior for most of the samples tested. Finally, cross-slip remains, in this alloy, a very potent mechanism to reduce the strain hardening that can arise from clusters of nanoparticles observed by TEM.

3.2 Introduction

Integrated Computational Materials Engineering (ICME) is a well-known design approach for advanced products through the use of materials' models based on a thorough understanding of the mater at different scales (Engineering, 2008). Advanced simulation techniques, such as the crystal plasticity finite element method (CPFEM), are one of the many available types of tools regularly used to estimate the bulk behavior of materials from their micromechanical properties. This finite element method considers several aspects of the microstructure, such as the morphology and orientation of grains, the elasto-plastic behavior of grains, their dislocation contents and grain boundary interactions. However, it is well known that the most sophisticated set of simulations will only be as accurate as the first ingredients used to simulate the mechanical response of the material being studied. Thus, instead of relying on the inverse method (Ghassemi-Armaki et al., 2013) or the indirect measurement of micromechanical properties (Shibata et al., 2010), the following work focuses on the direct measurement of the critical resolved shear stress (CRSS) and the saturation stress of low carbon martensitic stainless steel S41500 laths used for the fabrication of turbines. We believe that this approach will lead to more accurate simulation results as compared to the inverse method where the unicity of the solution is not guaranteed (Chen et al., 2007).

It is noteworthy to mention that the blades of the turbine runners are made of CA6NM cast steel of the same composition as SS415 rolled steel. Upon cooling, this steel quenches in air and produces a microstructure mainly composed of martensite with a very small amount of retained austenite. However, it cannot be used in this state due a reduced toughness and a low 2.5% ductility. It therefore undergoes a tempering treatment during which its ductility increases to 12%. During this treatment, the martensite releases carbon in the form of carbide precipitates, which substantially reduces its hardness, and a significant amount of it, up to 15%, is transformed into stable austenite. To avoid studying such a complex multiphase microstructure, this article is limited to the homogeneous martensitic microstructure of turbine blades before the tempering treatment.

Characterization of the morphology as well as the crystallography of martensite is well documented. Several papers have shown that low carbon martensitic steel exhibits a hierarchical lath microstructure from which the misorientation between different variants can be explained using the Kurdjumov-Sachs orientation relationship (K-S) (Kitahara et al., 2006; Morito et al., 2009; Morito et al., 2006; Morito, Tanaka, et al., 2003). Three-dimensional analysis of lath martensite revealed the shape complexity of this microstructure, as the packets, previously thought to be equiaxed and polyhedral, have been shown to be rather anisotropic and hardly describable in terms of morphology (Morito et al., 2014). This fact emphasized the importance of having a better understanding of such a widely used material. Indeed, those peculiar geometries lead to an inherent complexity in the deformation mechanism at the microscale that is significant enough to alter the work hardening behavior at a macro level (Nambu et al., 2009).

Microscale experimentation on martensite was performed using different strategies. Bending specimens (Shibata et al., 2010), micropillars (Ghassemi-Armaki et al., 2013) as well as microtension specimens (Mine et al., 2013) were used to extract the micromechanical behavior of martensite. In all studies, the samples contained more than one variant.

Those observations motivated Morsdorf et al. to perform a thorough characterization of lath martensite, both morphological and mechanical (Morsdorf et al., 2015). The heterogeneities of morphology, defect densities and chemical composition were characterized, as well as the mechanical response to nanohardness indentation. Although observations were made in laths from different prior austenite grains (PAG), the nanohardness was measured from the same PAG. They found that big laths ($t > 3.5 \mu\text{m}$) have a lower nanohardness than thin laths ($50\text{nm} < t < 500\text{nm}$), where t defines the lath thickness. The authors proposed that this difference could be explained by the difference in carbon segregation present in laths of different thicknesses.

More recently, Du et al. demonstrated that a Hall-Petch like effect is measurable in microtensile specimens containing sub-block and block boundaries (Du et al., 2016a). The influence of

boundaries was highlighted through the increase of CRSS when compared with the squared number of boundaries contained in the specimen. An extrapolation of a boundary-free CRSS was performed and will be compared in this work. However, the extraction of the mechanical properties of a group of laths, commonly called a sub-block, remains to be undertaken.

From a crystallographic aspect, Morito et al. highlighted through EBSD and TEM observations that blocks of ultra-low carbon martensite are composed of substructures characterized by a low disorientation, *i.e.*, $\theta \approx 10^\circ$ (Morito, Tanaka, et al., 2003). Each substructure, or sub-block, is characterized by similar lath variants.

Following the idea that laths are the elementary constituent of martensite, it is reasonable to consider that a group of laths sharing approximately the same orientation represents well the average micromechanical properties of the fundamental component of martensite. This idea is the core hypothesis of the following work, as, similar to polycrystalline, the bulk elasto-plastic behavior of an alloy can be determined if one knows the mechanical properties of the single crystal (sub-block) that constitutes the alloy. Finally, as the TEM images will show, the dislocation content of martensite laths is highly heterogeneous. We believe that performing mechanical testing on a lath would increase the scatter of micromechanical properties, as they would be influenced by the local variation of the dislocation density, size, and chemical composition. This is also consistent with the findings of Morsdorf et al. (Morsdorf et al., 2015)

In following sections, we present the characterization of the S41500 alloy through its chemical composition and TEM observations. Distinct aspects of sample handling and test specimen production are shown, including the macro sample preparation needed for the crystallographic orientation determination required for orientation-specific microsample fabrication. The presentation of micromechanical properties is then made so that a discussion of these results can be considered in comparison with the existing literature. Some final conclusions are drawn regarding intrinsic single crystal properties, such as the CRSS, for primary slip systems in S41500 steel alloy.

3.3 Materials and Method

3.3.1 Chemical composition and thermal history

The stainless steel characterized in this study, S41500, is used in the fabrication of turbine runners which are assembled using the flux-core arc welding process. To increase the weldability of the steel and decrease the propensity of the weld to cold cracking upon cooling, the carbon content has been reduced considerably (Paquin et al., 2015). The composition is presented in Tableau 3.1, and compared to the one proposed by the ASTM (ASTM, 2012a).

Tableau 3.1 - Chemical composition by weight percentages of UNS S41500 stainless steel used in this study in comparison to the standard composition required by the ASTM A240 standard (2012b)

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
ASTM	<0.05	<0.6	0.5-1.0	< 0.03	< 0.03	11.5-14	0.5-1.0	3.5-5.5
S41500	0.034	0.44	0.68	0.018	0.001	12.7	0.57	4.0

Before any characterization, the steel was austenized at 1050 °C for 1 hour. It was then cooled at room temperature and underwent a full martensitic transformation, as explained earlier, as this steel is self quenchable. This heat treatment defines a reference state that can be repeated to obtain the same homogeneous microstructure.

3.3.2 Nanoscale microstructure characterization

The microstructural characteristics of samples, such as morphology, defects, and secondary phases, were studied by using transmission electron microscopy investigation (TEM) and associated techniques. TEM observations were realised using the high-resolution Hitachi HF 3300 E-TEM with an acceleration voltage of 300 kV.

To be observed by TEM, material samples must be transparent to the electron beam. Specimens were prepared by using the Ga-FIB technique with a Hitachi nano duet NB5000 instrument. The TEM specimens had a thickness of (110 ± 20) nm and a lateral size of about 6 - 7 μm . Crystalline defects, such as precipitates and dislocations, produce a local perturbation of the crystal periodicity, and leads to the local variation of the Bragg diffraction angle, which in turn produces the diffraction contrast on images.

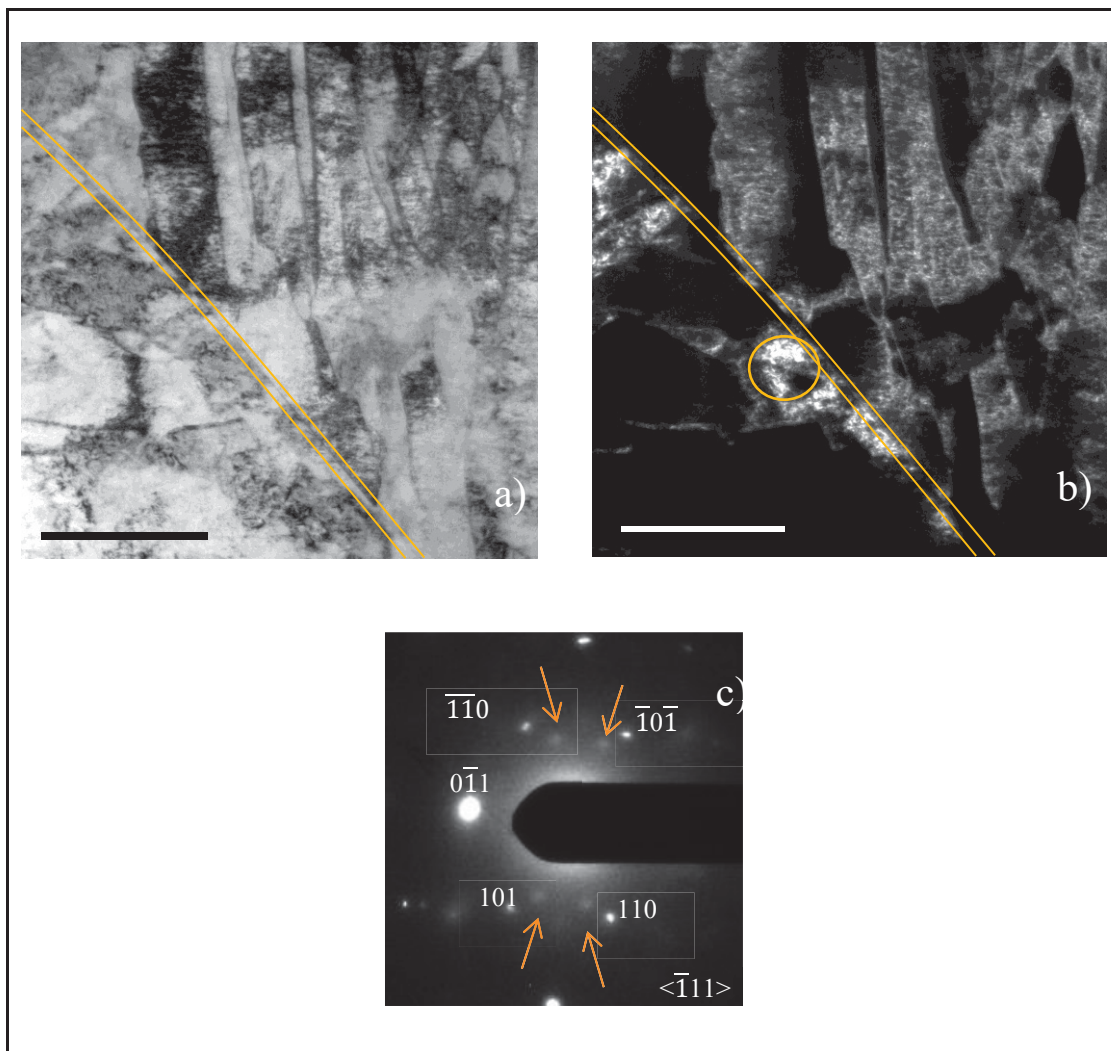


Figure 3.1 - TEM micrographs, obtained in (a) bright field and (b) dark field conditions of a martensitic steel sample prepared by the Ga-FIB method. Figure 1(c) is the corresponding selected area electron diffraction (SAED) showing the $\langle \bar{1}11 \rangle$ zone axis of the martensitic phase and the presence of reflections coming from a secondary phase (arrows)

The TEM images presented in Figure 3.1 were obtained in both a) bright and b) dark field mode and show the microstructure of a martensitic sample coming from a region surrounding the interface between two martensitic blocks. In Figure 3.1a, we can see a block boundary, highlighted within the pair of orange lines. Those lines draw a relatively straight diagonal on the sample. Each block is composed of groups of a few thin and elongated laths with similar spatial orientations.

In Figure 3.1b, the dark field image was obtained by using the (101) diffracted beam, as indicated on the diffraction pattern in the inset. This image shows laths that are 300 - 350 nm wide, even if other TEM observations have demonstrated that lath width can vary between a few hundred of nanometers up to 1 μm . In the same picture, a very high density of dislocation lines is visible in the structure of the martensitic laths on the right side of the boundary.

The selected area electron diffraction (SAED), Figure 3.1c, shows the $\{110\}$, $\{101\}$ and $\{011\}$ reflection spots of the martensitic phase organised around the central beam in the $\langle\bar{1}11\rangle$ zone axis ($d_{(110)} = 2.08 \text{ \AA}$ - $d_{\text{ASTM}} = 2.01 \text{ \AA}$; $d_{(101)} = d_{(011)} = 2.14 \text{ \AA}$ - $d_{\text{ASTM}} = 2.08 \text{ \AA}$). Moreover, it is possible to observe two light spurious reflection spots indicated by arrows and corresponding to an interplanar distance of $\sim 2.49 \text{ \AA}$. These reflections come from secondary phases and not from the martensitic matrix.

On the left side of the interface (in Figure 3.1b), it is possible to observe some agglomerations of nanoparticles near the boundary, probably responsible for the spurious diffraction spots detected in the diffraction pattern. The clusters are 50 to 100 nm wide, and the nanoparticles have dimensions of between just a few to 20 nm. An agglomeration rich in nanoparticles is highlighted with an orange circle on the dark field image (Figure 1b).

The structure of each block is made of groups of a few thin and elongated laths having almost the same spatial orientation. The width of laths varies between a few hundred nanometers up to 1 μm . Also, we can see within the same martensite lath, as correlated by the dark field image, a heterogenous distribution of dislocations characterized by dark clouds on the bright field.

As discussed in the introduction, this observation supports our strategy to test a group of laths to get repeatable and meaningful values of micromechanical properties of the S41500.

3.3.3 Preparation of a wedge from bulk

Mechanical testing of microspecimens will ultimately be conducted within a single martensite block whose orientation is known. To avoid the manipulation of microspecimens and any potential to introduce plastic deformation in them, it is preferable to work with a macro specimen at first. For this purpose, a macroscale wedge was carefully machined. The wedge consists of a specimen that exhibits the shape of a door wedge about 1cm long, Figure 3.2. This shape facilitates the manipulation of the specimen and decrease the Ga-FIB time required to machine the microsamples located at the thin edge, where the microtension specimens will be located. Several attempts have been made to cut the specimen with a precision saw, but the best technique for this task seems to be Electro Discharge Machining (EDM), both for precision and machining time. To accommodate the machining using Ga-FIB, the wedge was prepared with an angle of 1.5° . This angle ensures that enough space and thickness are available for the microtensile specimens at the edge of the wedge.

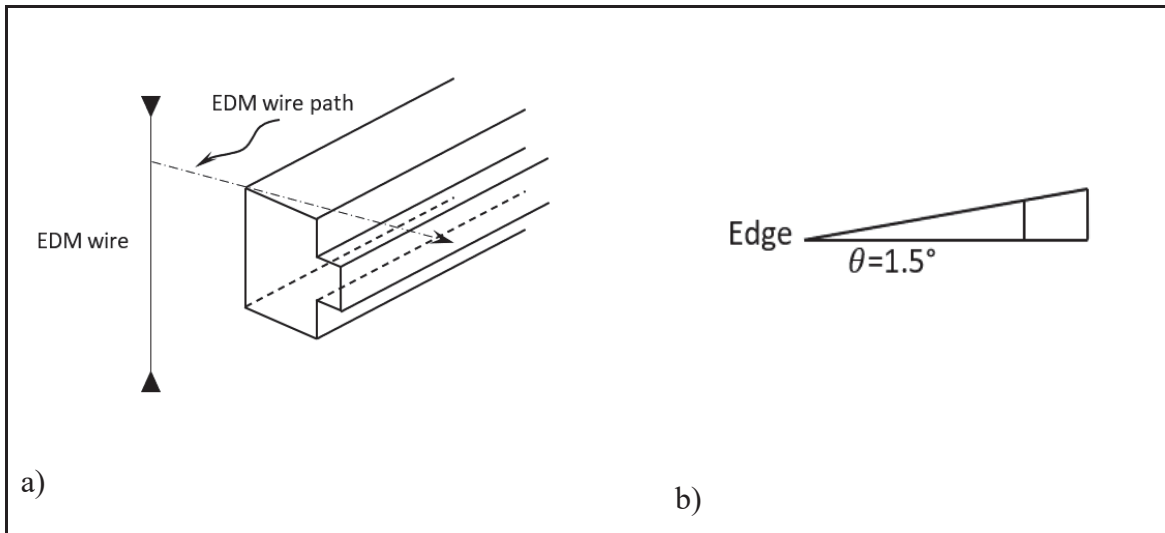


Figure 3.2 - a) Schematization of the wedge fabrication by EDM cutting, and b) sideview of the wedge

3.3.4 Polishing procedure

Any surface grinding or polishing operation is known to introduce near-surface plastic deformation to a certain extent. Since the objective of this work is to extract elasto-plastic properties of a very thin sample, the preparation of the surface was undertaken with great care to avoid excessive plastic deformation at the surface of the sample. The polishing procedure was performed as specified below:

- Rough polishing: 800 and 1200 grit (SiC);
- Fine polishing: 9, 3 and 1 μm diamond paste; and
- Application of Buehler MasterMet™ 0.06 μm amorphous colloidal silica.

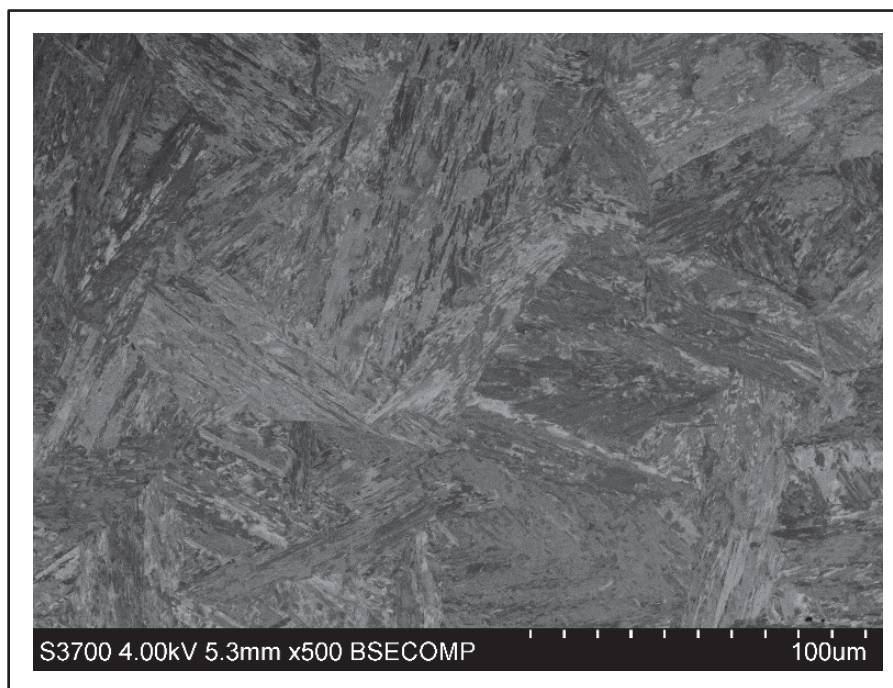


Figure 3.3 - BSE image taken in the SEM showing a mechanically polished wedge without significant damage visible on the surface

Following the polishing procedure and prior to the Ga-FIB cutting, a quantitative validation was made via a direct observation of the sample using back-scattered electrons (BSE) in the scanning electron microscope (SEM). Through the so-called channelling effect, BSE imaging allows one to see small perturbations of the matrix as well as atomic number contrast. Thus,

because small scratches left by the polishing procedures can be assimilated as localized plastic deformation that changes the lattice orientation, the BSE imaging technique is helpful to quantify the degree of surface damage on the surface. This quick check assures that the polishing procedures were done carefully and that the amount of plastic deformation introduced in the sample is minimal, see Figure 3.3.

3.3.5 Choice of microtensile candidate locations

The locations of microsamples were chosen based on the following requirements: (i) the homogeneity of the lath orientation within the region of interest (ROI); and (ii) block dimensions that allow the microsample to be fabricated entirely from within that single block. To emphasize the first requirement, it is well known that martensite presents a highly heterogeneous distribution of dislocations (Macchi et al., 2021). Thus, testing a small volume could introduce a large variation of mechanical properties within the tested population, as the properties would be local. In fact, the most well-suited site would be the largest volume within which the average misorientation would be minimal. This would ensure that the mechanical properties extracted therein represent the global averaged behavior of the elementary constituents in the desired direction.

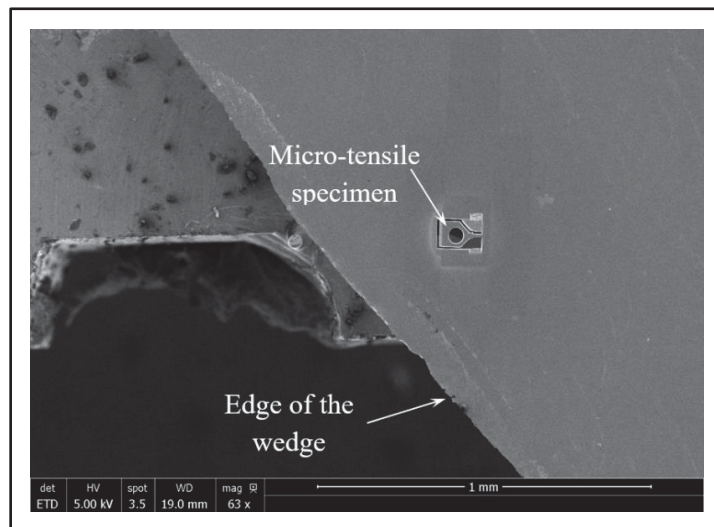
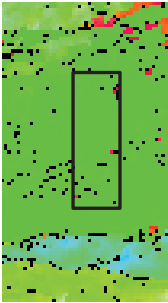
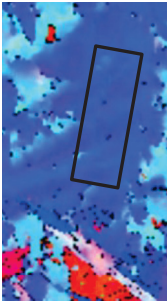
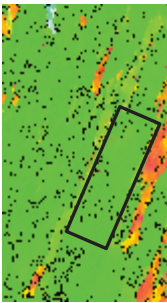


Figure 3.4 - Low magnification view of a microtensile specimen. The bottom part is the loading arm equipped with the tungsten pin

Tableau 3.2 shows five areas that have been identified as satisfying the criteria for microscale tensile tests. Only one case, site 3, contains a block boundary with two distinct crystallographic orientations within the field by design. The other cases exhibit a single crystal orientation throughout the entire ROI, defined by the black rectangular outline. Although the black rectangles are identical for all sites, they are at scale with the image and the dimensions presented in the second line of Tableau 3.2. Note also that these targeted areas indicate surface orientations only, and it is not guaranteed that the volume beneath the surface is similarly oriented according to the fabrication of three-dimensional test specimens. These ROI's represent the near-surface block orientations intended to be included within the volume of material deformed in tension. They will constitute the gauge section of microtensile test specimens to be fabricated using Ga-FIB micromachining, and do not identify the location of the ROIs exactly but rather give their targeted location and indicate the loading directions that are parallel to the long dimension. The dimensions are given as length (L), width (W) and thickness (T).

Tableau 3.2 - Description of the ROIs. Locations, orientations (IPF Y) and dimensions

	Site 1	Site 2	Site 3	Site 4	Site 5
EBSD (IPF Y)					
Dimensions	L = 22.3	L = 18.2	L = 31.0	L = 26.0	L = 24.5
[μm]	W = 7.7	W = 5.0	W = 11.5	W = 8.2	W = 8.1
	T = 6.1	T = 3.7	T = 5.5	T = 5.5	T = 5.2

To give a qualitative perception of the scale, Figure 3.4 presents a low magnification view of a microtensile specimen at the vicinity of the edge of the wedge.

3.3.6 Machining of microtensile specimens using Ga-FIB

The fabrication and testing of each specimen was performed using an FEI Nova Nanolab FIB/SEM at the CEMAS facility located on the campus of The Ohio State University in Columbus Ohio. As discussed earlier, BSE channeling images can be used to identify variations in orientation. This effect is also very pronounced when imaging with the ion beam. For example,

Figure 3.5a presents a BSE image showing the martensite blocks of site 3. This type of image contrast allows correlations to be made with the EBSD images of Tableau 3.2. The position of desired gauge sections can then be cut into the surfaces of each location targeted for tensile testing.

Figure 3.5a also illustrates where the gauge sidewalls of test specimen 3 are located.

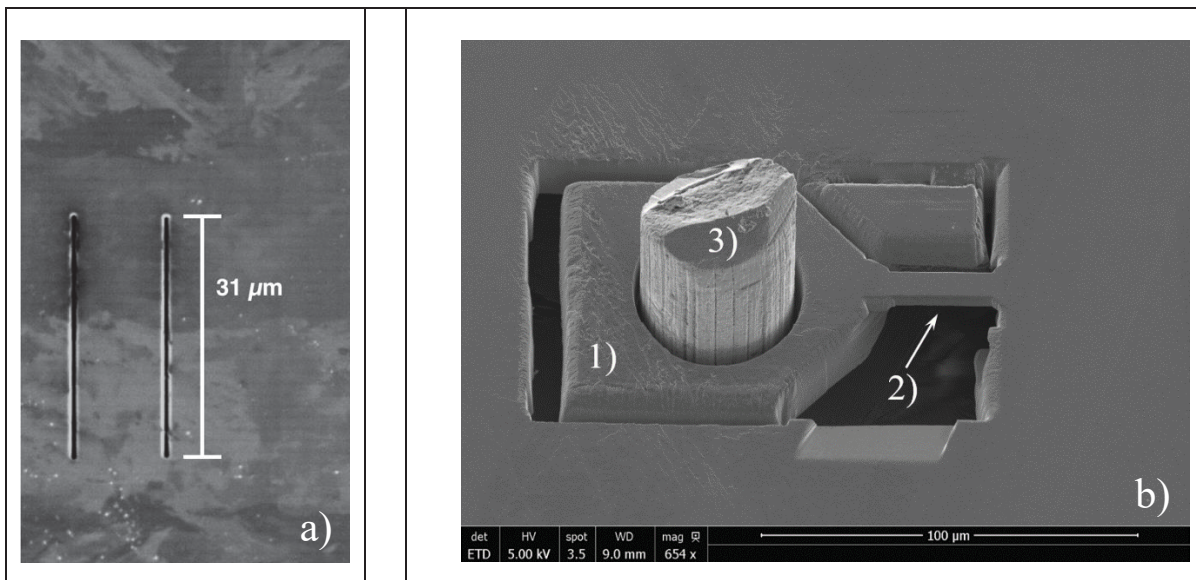


Figure 3.5 – (a) FIB image using BSE imaging of the ROI site 3, (b) SEM image of 1) the full-sized microtensile specimen, 2) the ROI and 3) the tungsten loading pin

The site locations investigated here were all positioned near the thin region of the polished wedge where the thickness is less than ~30 μm. By first orienting the top surface of the wedge perpendicular to the incident Gallium ion beam direction, the outside profile of the tensile

specimen dog-bone shapes can be cut entirely through the wedge thickness (Wheeler et al., 2015).

Figure 3.5b shows an example of a finished microtensile specimen ready to be tested. A high current condition for the ion beam (21nA at 30kV) was initially used to cut this outside profile. To engage the specimen grip in the thin flat wedge, a pin loading mechanism was employed; the associated round opening is shown in the grip end. To ensure quantitative test results, the gauge section must exhibit a rectangular shape with uniform thickness along its length. To enable the shaping of these test members, openings are cut on one side of the gauge section to allow front and backside thinning of test volumes. This face cutting is done by tilting the plane of the specimen to a low angle relative to the incident ion beam (i.e., approaching grazing incidence). The final gauge section sidewalls and top/bottom faces are shaped and cleaned using moderate FIB probe currents (e.g. 2nA at 30kV). Size considerations of the gap surrounding the specimens are also made during material removal to allow for axial travel of the pin/grip during loading. The present study allows for about 20% strain in test specimens (i.e. leftwards movement of the pin/grip in

Figure 3.5b).

Although it is well known that Ga-FIB can influence the mechanical behavior of metals (Shim et al., 2009), studies have proposed that the yield strength of aluminium single crystal is not influenced by Gallium when the pillar, on which the mechanical testing is done, is greater than 2.8 microns and contains no grain boundary (Xiao et al., 2017). Thus, we consider that the mechanical properties of relatively large homogeneous test volumes of S41500 are not influenced significantly by Ga milling.

3.3.7 Microtensile testing parameters and measurement of deformation

The MTR-3 test frame from MicroTesting Solutions, LLC, was used to conduct the in-situ tensile experiments (Wheeler et al., 2015). The in-situ tension-compression test frame utilizes a piezoelectric actuator with sub-nanometer displacement resolution with its load train

configured with a 1N load cell for this study; in this configuration, it gives a force resolution of 500 nN. The pin load tests were performed using a 60 μ m diameter tungsten pin and were carried out at ambient temperature in a quasi-static displacement control mode. The schematization of the loading and the strain measurement processes are presented in Figure 6. Elasto-plastic deformations were measured by Digital Image Correlation (DIC) using a custom MATLABTM code utilizing a series of images, each taken during the static portion of each displacement step application. The strain in the sample over time is measured relative to the starting image using a digital extensometer method. In this method, far-field displacements are monitored via cross-correlation tracking of the grip and of the fixed ends bounding the gauge section of each specimen. Local structural features, such as those found close to width changes at the end of the gauge section of each microsample, are used in tracking these end regions. In these tests, the gauge lengths are approximately 2500 pixels. Subpixel measurements allow strain measurement sensitivity of 1 pixel per 5000 (0.02 %). Depending on the length of each specimen, between 60 and 100 images were taken during each test to ensure precise strain measurement. The average strain rate calculated from the increasing displacement steps was $\approx 5.0\text{E-}4 \text{ s}^{-1}$ for each specimen.

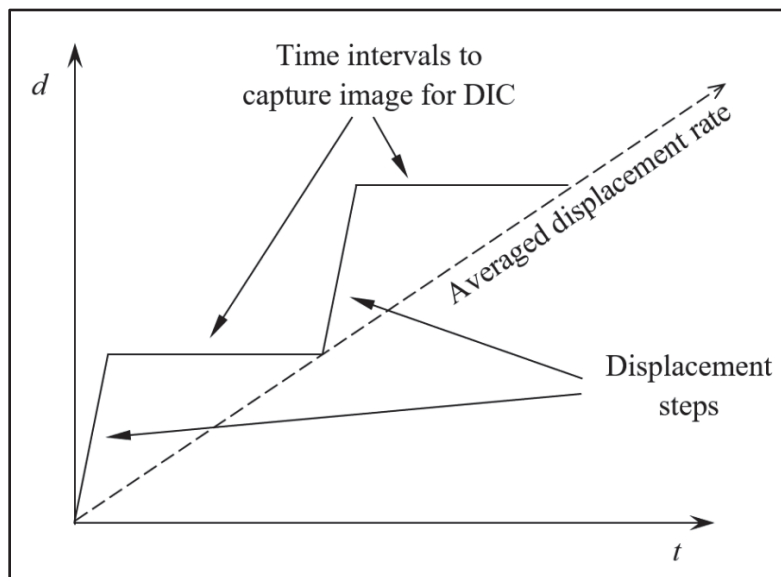


Figure 3.6 - Schematization of the loading process (where d = displacement, t = time)

3.4 Results

3.4.1 Presentation of tensile results

The tensile curves of each specimen are presented by plotting the evolution of the first Piola-Kirchhoff stress, or the so-called engineering stress, as a function of the engineering strain, as shown in Figure 3.7. In this section, the mechanical behavior will often be related to the slip traces development on the ROIs presented in a tabular form at the Figure 3.9. The transparent black rectangles superimposed on the colored IPF image represent the location of the observed slip traces.

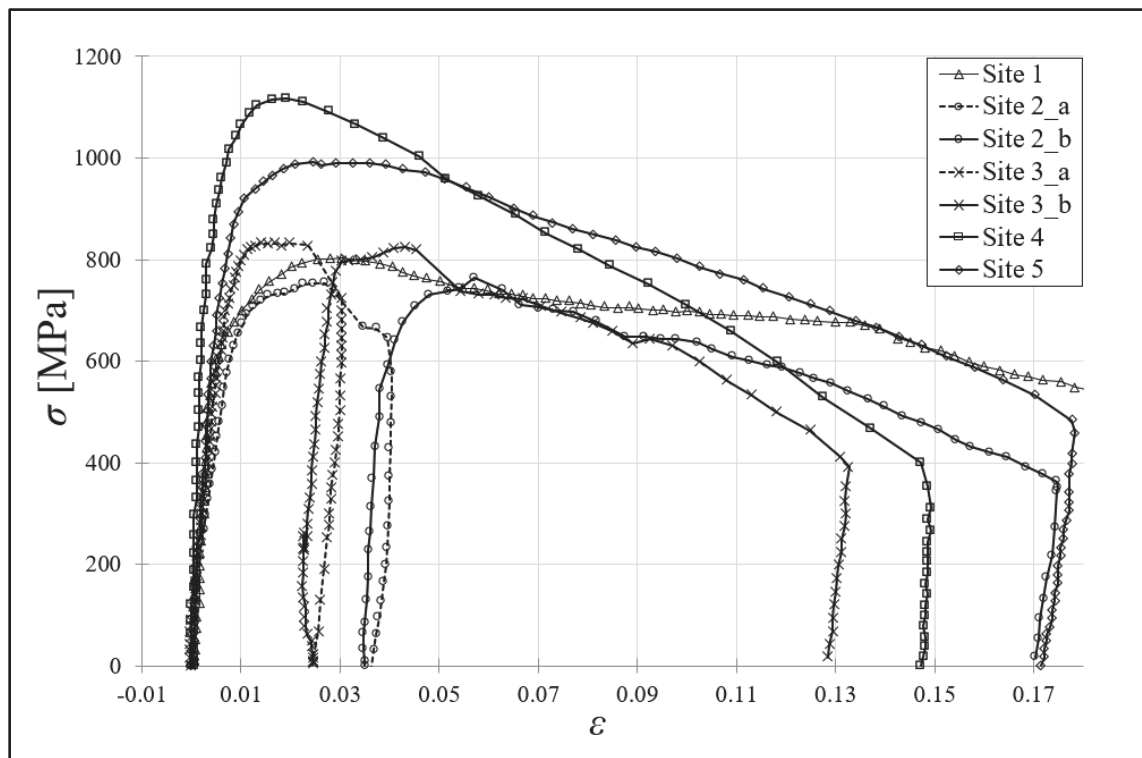


Figure 3.7 - Tensile curves of the different sites represented by the evolution of the first Piola-Kirchhoff stress vs. infinitesimal strain

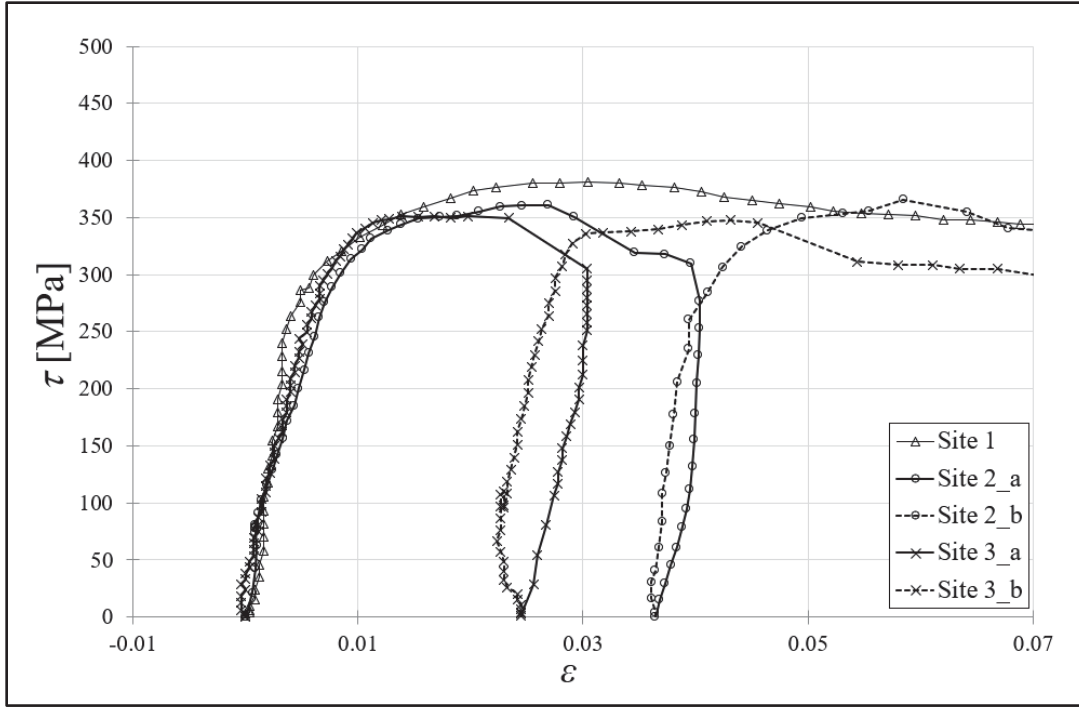


Figure 3.8 - Evolution of the resolved shear stress versus the infinitesimal strain applied to the ROI

At first glance, we can see that sites 1, 2 and 3 do not exhibit a high level of plastic consolidation. In fact, it will be shown that these ROIs accommodate elastic deformation through primary slip and cross-slip. They then reach hardening saturation at lower stress values compared to other sites. For the ROIs of sites 1 and 3, ill-defined slip traces, resulting from cross-slip, are present at the surface of the samples. The slip traces of site 1 appear to come from $(101)/[\bar{1}11]$ and $(1\bar{1}2)/[\bar{1}11]$ slip systems. Together, they form a macro slip trace that is the result of step-like deformation process of the aforementioned slip systems, as shown in Figure 3.9a. The site 3, see Figure 3.9e, exhibit the same deformation process, with observable traces from the $(011)/[\bar{1}11]$ and $(132)/[\bar{1}11]$ slip systems. Even though those slip systems share similar Schmid factors, namely 0.422 and 0.414, they are not among the most solicited of available slip systems. This observation will be addressed further in the discussion section. From the analysis of sites 1, 2 and 3, two main observations can be drawn. First, as presented in Tableau 3.3, the CRSSs of the three families of planes, namely $\{110\}$, $\{211\}$ and $\{123\}$ are similar. Secondly, the strain hardening and the slip resistance saturation of those sites share

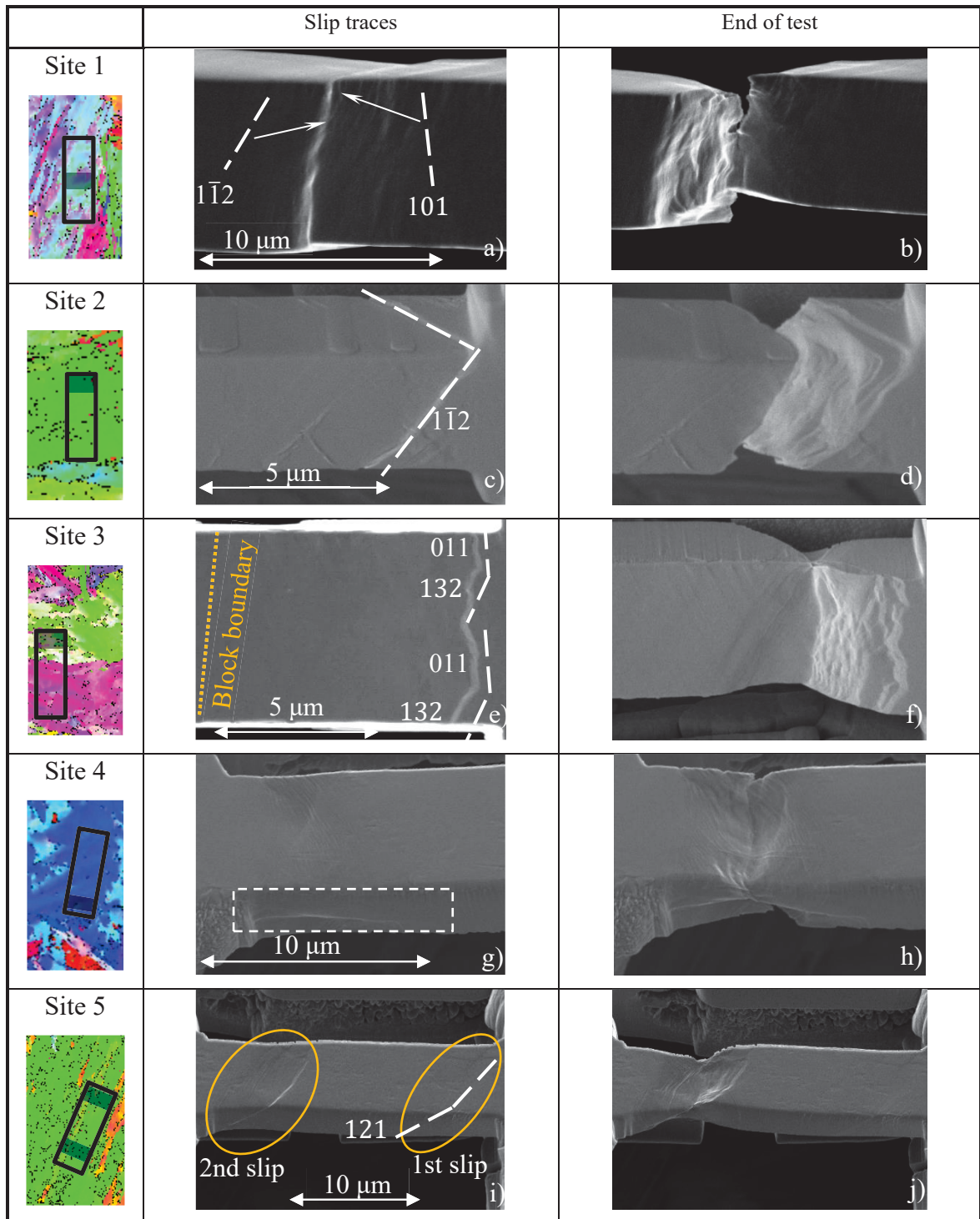


Figure 3.9 - Presentation of the different sites during plastic accommodation (a, c, e, g and i) and at the end of the test (b, d, f, h and j). The first column represents the sites' IPF Y measured by EBSD, prior to tensile experiment, as well as the slip traces formation highlighted by the transparent black rectangles

As for site 5, latent hardening is visible in Figure 3.9j, where multiple slip traces are visible on the surface. However, prior to latent hardening, site 5 exhibits primary slip at the right end of the sample. Estimation of the CRSS was possible, but saturation at this location was not reached before plastic deformation developed at the left side of the specimen. We believe that this peculiar behavior derived from a small misalignment between the two end parts of the ROI, Figure 3.9j. This small misalignment did not significantly influence the CRSS, but it did have a rather important effect on the hardening behavior.

3.4.2 Estimation of slip resistance s^α

This section presents the calculation of two extensive parameters in CPFEM simulation, the CRSS and the stress saturation on active slip systems. To put those quantities into perspective, the following equations, frequently used in CPFEM simulation (Balasubramanian, 1998), define the plastic shear rates, Eq.3.1, and the self-hardening rate, Eq.3.2:

$$\dot{\gamma}^\alpha = \dot{\gamma}_0 \left| \frac{\tau^\alpha}{s^\alpha} \right|^{\frac{1}{m}} \text{sign}(\tau^\alpha) \quad (3.1)$$

$$h^\beta = h_0^\beta \left| 1 - \frac{s^\alpha}{s_s^\beta} \right| \text{sign} \left(1 - \frac{s^\alpha}{s_s^\beta} \right) \quad (3.2)$$

In Eq.3.1, τ^α represents the actual resolved shear stress on a particular plane α , while $\dot{\gamma}_0$ and m represent material parameters. We can clearly see that the increase of τ^α beyond the slip resistance, s^α , triggers a significant increase in the plastic shear rates. As for the self-hardening rate h^β , once s^α reaches the slip resistance saturation s_s^β , the rate at which the stress increases on the plane decreases to reach zero when the two quantities are equal.

Using Schmid's equation, the resolved shear stress on a particular plane α is calculated as follows:

$$\tau^\alpha = m\sigma \quad (3.3)$$

with m being the Schmid factor.

The calculation for each specimen using Eq.3.3 is presented at Tableau 3.3. A short description of the results by row follows: 1) The Euler angles triplet measured at the location of the ROI; 2) the most-solicited slip systems; 3) the slip system of the corresponding slip traces; 4) the corresponding Schmid factor of the activated slip system; 5) the applied nominal stress on the sample at the onset of plasticity; 6) the slip resistance of the corresponding active plane or the CRSS; and 7) the maximum shear stress calculated from the plateau reached during tensile testing. Site 3 was divided in two sites, site 3_{top} and site 3_{bottom}.

For the $\{110\}$, $\{211\}$ and $\{123\}$ -related slip systems, four direct measurements were performed with an average CRSS of 291 MPa and a standard deviation of 16 MPa. However, if site 2 and 5 are isolated from the group, the slip trace observation suggests that the deformation occurred on $\{211\}$ planes only, with CRSSs averaging to 304 MPa and a small standard deviation of 2.8 MPa. We could argue that the $\{211\}$ planes have their own, higher CRSS. However, we do not consider the $\{211\}$ planes to have a higher CRSS since the difference is in the range of experimental error. Concerning the slip resistance saturation, the average value is estimated to be 364 MPa with a standard deviation of 16 MPa.

As a matter of transparency and as stated earlier, a peculiar behavior arises from site 3. Indeed, the slip traces observed on the surface were not the ones most-solicited if we consider the Schmid theory. That said, without waving the flag of the non-Schmid effect, the bottom part of the sample, composed of another block, could have changed the strain distribution inside the sample. This effect probably triggered lower Schmid-value slip systems. However, when compared to the other values of CRSS, the one measured at site 3 is within one standard deviation from the average.

Tableau 3.3 - Presentation of CRSS for each ROI including orientation, Schmid factor, activated slip systems and stress to saturation

	Site 1	Site 2	Site 3top	Site 3bottom	Site 5
Euler angles at ROI [rad]	$\varphi_1 = 5.137$ $\theta = 0.609$ $\varphi_2 = 0.229$	$\varphi_1 = 1.623$ $\theta = 0.482$ $\varphi_2 = 0.743$	$\varphi_1 = 5.121$ $\theta = 0.480$ $\varphi_2 = 0.715$	$\varphi_1 = 0.583$ $\theta = 0.354$ $\varphi_2 = 1.313$	$\varphi_1 = 5.19$ $\theta = 0.389$ $\varphi_2 = 0.894$
Highest Schmid factors	0.491/(2 $\bar{1}$ 3) 0.476/(1 $\bar{1}$ 2) 0.475/(101)	0.479/(1 $\bar{1}$ 2) 0.471/(123) 0.469/(2 $\bar{1}$ 3)	0.492/(0 $\bar{1}$ 1) 0.486/(123) 0.458/(1 $\bar{1}$ 2)	0.456/($\bar{1}$ 01) 0.435/(2 $\bar{1}$ 3) 0.429/($\bar{1}$ 10)	0.485/(121) 0.481/(132) 0.465/(231)
Observed slip system trace	(1 $\bar{1}$ 2)/[$\bar{1}$ 11] (101)/[$\bar{1}$ 11]	(1 $\bar{1}$ 2)/[$\bar{1}$ 11]	(011)/[$\bar{1}$ 11] (132)/[$\bar{1}$ 11]	N/A	(121)/[$\bar{1}$ 11]
Schmid factor of activated slip system	0.475	0.479	0.422	N/A	0.486
Applied nominal stress prior to slip activation [MPa]	580	630	660	N/A	630
Slip resistance, s^α [MPa]	276	302	278	N/A	306
Saturation value of slip resistance, s_s^α [MPa]	381	360	350	N/A	N/A

From the preceding analysis, even though the number of test samples is limited, the small standard deviation of CRSS leads us to believe that the behaviour of the {110}, {211} and {123}-related slip systems at the onset of plasticity were characterized with a good precision.

3.5 Discussion

3.5.1 Intrinsic variability of the slip resistance

Du et al. showed that microsamples machined by Ga-FIB in the same ferrite grain can exhibit variations in yield stress of ± 40 MPa about a mean value of 110 MPa (Du, 2016). This significant variation may find its source in different phenomena, such as the presence of nanoprecipitates, inhomogeneous distribution of alloying elements or dislocations in the sample (Greer et al., 2005). As for the alignment, which is critical in this kind of mechanical testing, great care was taken by the authors to ensure a good alignment of the axial direction of the sample with the loading direction. Apart from being two chemically different materials,

two main differences in the experiments of Du et al. and the present work can be highlighted: 1) the load-carrying part of the sample is either a hole (this work) or a T-Shaped section (Du et al.); and 2) the cross sections of the current work vary between $15\text{-}57\text{ }\mu\text{m}^2$ compared to those of Du et al.'s microtensile specimen which are $6\text{ }\mu\text{m}^2$. Without attributing the difference between their variation and ours to the geometrical and dimensional disparities, those factors could potentially be the source of higher CRSS discrepancies. As mentioned in the next section, the yield stress can be influenced by the size of the specimen through the so-called *size effect*.

3.5.2 Size dependence effect on mechanical properties

Experiments to lower scales, such as micro and nanoscales, are often influenced by the size of the specimen (Fleck et al., 1994). Observations usually show an inverse relation between the diameter or size of the specimen and the yield stress. The smaller the specimen, the greater the yield stress. This behavior has been reported many times, and non-local theories of plasticity are usually used to rationalize the data (Evans & Hutchinson, 2009). However, even in quasi-homogeneous strain fields, such as the one found in the microtensile sample of this study, size dependence can also be observed. To explain this observation, the so-called dislocation starvation model was introduced. The model proposes an intrinsic distance, δ , which dislocations must travel before replicating themselves. In the case dislocations are not able to travel this distance before reaching the surface, softening, prior to the hardening of the material, is not activated. This leads to an increase of strength, and yield stress reaches significant higher values than bulk crystals can achieve (Greer et al., 2005).

Based on Gilman's approximation of the dislocation multiplication coefficient, M , for a variety of elements, we can estimate δ for iron (Fe) (Gilman, 1960). This element was chosen since it composes the majority of the alloy. Tableau 3.4 presents M for a range of studies on Fe.

From Gilman's book, $M = m/b$, where the breeding coefficient, m , is per unit length. Thus, for m we get:

$$m = Ma_{\text{Fe}} \frac{\sqrt{3}}{2} = 2.482 \times 10^{-8} M \left[\frac{1}{\text{cm}} \right] \quad (3.4)$$

By using all the values from Tableau 3.4 and $a_{\text{Fe}} = 0.2866 \text{ nm}$, we can estimate that $1.61 < \delta < 12.21 \text{ }\mu\text{m}$. Thus, based on this analysis, the dislocation starvation criterion could be met for very low values of breeding coefficient. However, by taking the average $\bar{m}$, the critical length reduces δ to $2.64 \text{ }\mu\text{m}$, which is smaller than any sample dimensions used in this work.

It is also important to mention that the initial rate at which the dislocations replicate, $\dot{N}$, does not solely depend upon the breeding coefficient. In fact, apart from their velocities, v , the dislocation replication rate is also proportional to the dislocation density, N , from the following equation:

$$\dot{N} = mvN \quad (3.5)$$

From this equation, we can state that, at the onset of plasticity, the initial replication rate of dislocation, $\dot{N}_0$, is linearly proportional to the initial density of dislocation, N_0 . Thus, the greater the amount of mobile dislocations, the greater the replication rate.

Tableau 3.4 - Dislocation multiplication coefficient for various studies on Fe. Adapted from Gilman (1960)

Material	$M (10^9/\text{cm}^2)$
Fe	33
Fe (coarse grain, $100 \text{ }\mu$)	80
Fe (fine grain, $15 \text{ }\mu$)	200
Fe	250
Fe (3% Si)	200

The mobile dislocation density was indeed shown to have a great influence on the yield behavior of as-quenched ultra-low carbon martensitic steel (Nakashima et al., 2007). By using X-ray diffractometry, the authors showed that the important density of dislocations ($\approx 7 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$) introduced during the martensitic transformation significantly reduces the tensile yield

strength to a value of 300 MPa. In other words, the significant presence of mobile dislocations has increased the replication rate, thus decreasing the yield strength. Following a small pre-strain of 0.15%, the density decreased to $4 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$, annihilating in the process approximately $3 \times 10^{15} \text{ m}^{-2}$ mobile dislocations and increasing the yield strength to 630 MPa. This estimation was confirmed by quantitative TEM observations where the randomly distributed mobile dislocations were transformed into a cellular tangled-like pattern after the yielding.

Thus, based on the critical length analysis and the important quantity of mobile dislocations introduced by the self quenching of S41500, no significant size effect is to be expected from the experiments done in this work.

3.5.3 Comparison of CRSS with existing literature

As mentioned in the introduction, direct measurement of CRSS in martensite was performed using microbending specimens (Shibata et al., 2010). It is worth mentioning that bending experiments are prone to accommodation of the elastic deformation field by Geometrically Necessary Dislocations (GNDs). This phenomenon, well described by the non-local theory of plasticity, is known to significantly increase the yield stress of material through the so-called back-stress. The existence of GND's could therefore explain why the authors measured an average CRSS value as high as 625 MPa for lath martensite of a Fe-23% mass Ni alloy with a carbon content $C < 0.01$.

Mine et al. conducted microtensile experiments on samples containing multiple blocks. They found an average of 335 MPa for the in-lath CRSS on 4 samples. That is, plastic deformation that occurred on $\{110\}$ slip planes parallel to the lath plane. This value is similar to that measured in this work in single-block microtensile samples.

Recalling an earlier work (Du et al., 2016a), we can see that even though these authors extrapolated the value of martensite block slip resistance, our direct measurement of the CRSS fits well within their predicted value. Also, for a sample containing one boundary, the slip

resistance proposed by their experiments is still very close to the one we measured for site 4. Even though the chemical composition of their steel (0.092C-1.68Mn-0.24Si-0.57Cr) contrasts with the S41500 composition (see Tableau 3.1), the CRSS of both low carbon lath martensite alloys are very similar.

This observation is also consistent with the fact that substitutional elements play a limited role in the development of plasticity (Christian, 1983). However, the lower carbon content of our steel (approx. 3 times less) could potentially explain why the CRSS values in the present work are sometimes lower than those measured by Du et al. Indeed, interstitial elements such as carbon and nitrogen are well known to increase the yield strength of metals by obstructing moving dislocations.

As stated before, the CRSS estimated at site 4 containing a block boundary compares well with the work of Du et al. It should be noted that the Schmid factor of this site was calculated exclusively from the surface orientation. Thus, with a yield stress of 820 MPa and a Schmid factor of 0.457 for the $(1\bar{1}2)/[\bar{1}11]$ slip system, we estimated the CRSS to be 375 MPa. This measurement has been plotted at $\sqrt{n} = 1$ in Figure 3.10.

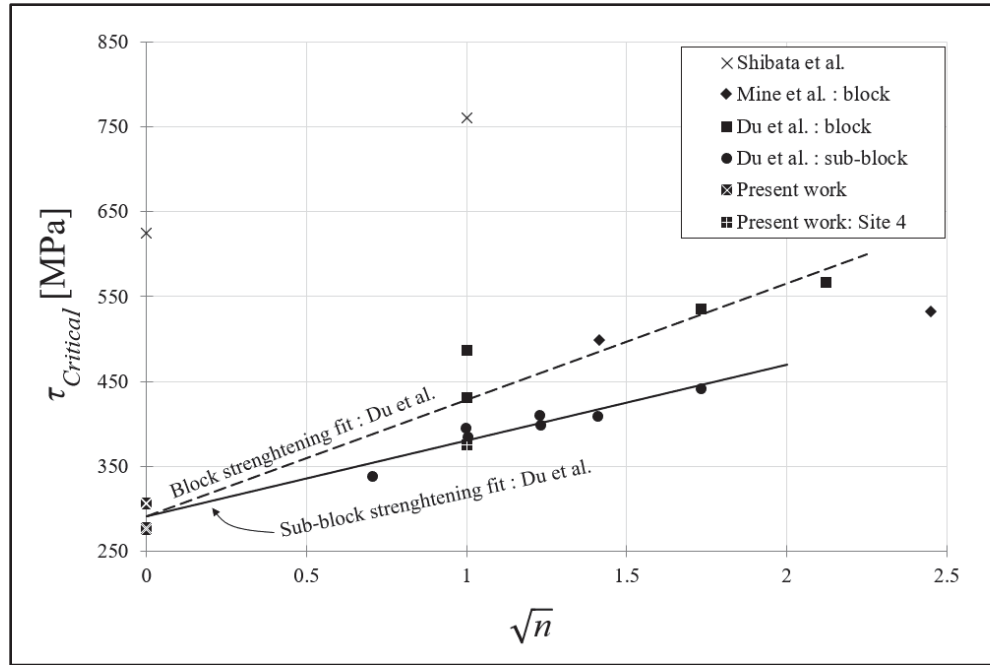


Figure 3.10 - Summary of CRSS from the micromechanical testing of martensite laths proposed in the literature and compared to the present work

Figure 3.10 contains a summarized view of martensitic lath CRSS as proposed in the literature versus the square root of boundaries that were observed here in tested specimens. The regression lines correspond to those of Du et al., as they were fitted over sub-block (full) and block (dashed) values of their experiments. The error bars have been removed for clarity. For other works, the distinction between CRSS strengthening from sub-block or block boundaries is indicated in the legend.

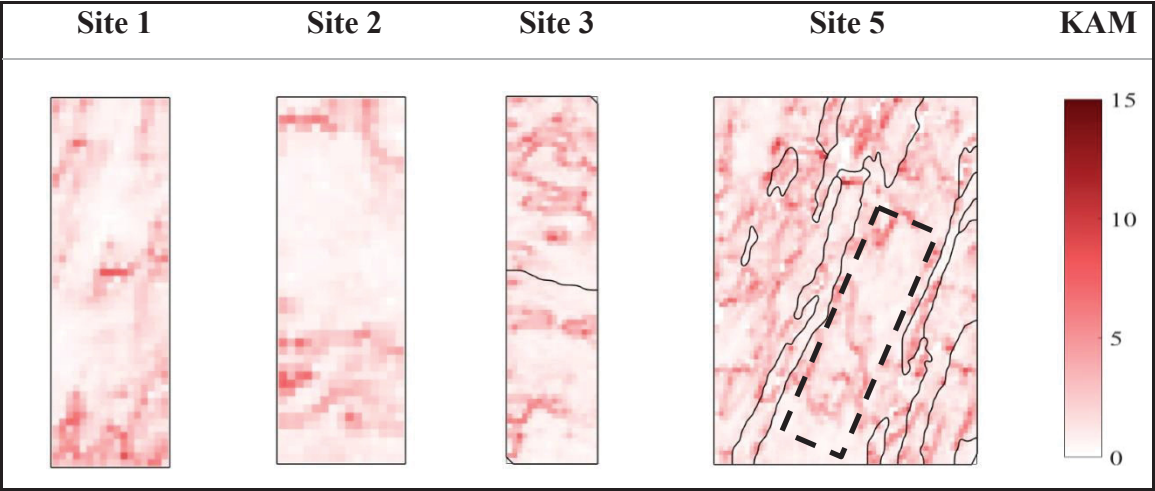
3.5.4 Crystallographic homogeneity of the ROIs

The core hypothesis of the current work relies on the fact that the ROIs are composed of similar oriented laths. Even though the repeatability of the micromechanical properties measured on different sites tends to validate this hypothesis, an investigation of the actual homogeneity of the ROI has been carried.

To do so, the kernel average misorientation (KAM) distribution has been calculated using the MATLAB™ toolbox MTEX (Bachmann et al., 2010). Prior to the KAM calculation, the data were cleaned of non-indexed pixels, as well as wild spikes. Also, to highlight any martensite variants boundaries, a misorientation threshold of 10.53° was used. That last corresponds to the lowest misorientation theoretically predicted by the K-S orientation relationship. We can appreciate those boundaries shown in the figure of the sites 1 and 3 presented at Tableau 3.5.

As we can see by the KAM color countours, the orientation homogeneity of each individual site is not perfect. Indeed, some local misorientations are present within the same ROI but those are restricted to values lower or close to 10°. Those small variations in the local orientation do not seem to significantly influence the averaged micromechanical properties extracted from a group of laths that share a similar orientation.

Tableau 3.5 - Distribution of the KAM within each ROI. The small black lines represent a pixel-to-pixel misorientation greater than 10.53°. The dashed rectangle represents the location of the site 5



3.6 Conclusion

We have presented a microstructural characterization of quenched S41500 martensitic stainless steel together with the results of microtensile tests. The microtensile experiments were performed in four block boundary-free samples and one containing a block boundary. Micromechanical properties were measured from microtensile specimens fabricated by Ga-FIB within neighbouring regions of the alloy. The experiments were performed under quasi-static loading conditions beyond the ultimate tensile strength, and the strain was measured by DIC. The measured slip resistance from $\{110\}$, $\{211\}$ and $\{123\}$ planes of S41500 alloy were estimated to be 291 MPa with a standard deviation of 16 MPa. As for the slip resistance saturation, the measurements from $\{110\}$, $\{211\}$ and $\{123\}$ planes of S41500 alloy were estimated to be 364 MPa with a standard deviation of 16 MPa. The low standard deviations calculated from the CRSS and stress saturation values from the sites where no boundaries were present are remarkably low. Indeed, the repeatability of the test results, as shown in Figure 3.8, is a valuable indication of the sturdiness of the overall process, from machining to mechanical testing of the micro-tensile specimens. We are confident that these values could be used as precise inputs in a micro-mechanical finite element simulation such as CPFEM. From the findings presented in this study, the following conclusions may be drawn:

- Carefully prepared microtensile experiments allow the averaged CRSS of a group of laths to be measured with a good precision;
- A review of the proposed literature, even though limited, tends to favor the use of microtensile over microbending experiments to extract micromechanical properties of microstructural features;
- The plastic deformation of microtensile specimens machined from S41500 alloy was observed to take place on $\{110\}$, $\{211\}$ and $\{123\}$ -related slip systems, but more notably on $\{110\}$ and $\{211\}$ -related slip systems.

Acknowledgements

The authors would like to gratefully acknowledge the CRSNG, Finkel-Steel and Hydro-Québec for their financial support. We also thank Carlo Baillargeon and René Veillette for their technical assistance during every step of this project. Finally, a special thank to Laurie McLaughlin for her wise advice on the writing.

Data availability

The raw/processed data required to reproduce these findings cannot be shared at this time as the data also forms part of an ongoing study.

CHAPITRE 4

MULTISCALE CHARACTERIZATION OF GRADUAL YIELDING IN LATH MARTENSITIC STAINLESS STEEL: EVIDENCE OF MICRO RESIDUAL STRESS INFLUENCE

Deschênes, P.-A.^{a*}, Paquet, D.^a, Baillargeon, C.^a, Tôn-Thât, L.^a, Lanteigne, J.^a, Champlaud, H.^b

^a Hydro-Québec, Institut de recherche d'Hydro-Québec, 1800 Lionel-Boulet, Varennes, Québec, Canada, J3X 1S1

^b Département de Génie mécanique, École de Technologie Supérieure, 1100 Notre-Dame Ouest, Montréal, Québec, Canada, H3C 1K3

Article soumis au journal « Acta Materialia » en novembre 2025

4.1 Abstract

This paper presents an experimental study addressing the non-linear behavior of quenched lath martensite during quasi-static tensile solicitations. Although this phenomenon has been previously reported, the on-going debate about the underlying mechanisms remains. To elucidate the potential contributions of the different sources proposed in the literature, tensile tests were conducted across multiple length scales. The results were compared to a tempered version of the microstructure in which the residual stresses introduced during the γ - α' were relaxed. The onset of plasticity relaxation analysis (OPRA) was employed to determine the yield stress over several sequential load steps followed by a holding period. Experimental findings strongly suggest that the observed non-linear behavior measured at low strain in quenched lath martensite can be rationalized by the presence of type-II residual stresses inherited from the martensitic transformation. Specifically, the addition of shear residual stress on the habit plane to the CRSS estimated via Taylor factors at the macroscale is in the same order as the CRSS measured at the microscale. This finding indicates that the type-II residual stresses promote localized yielding in lath martensite by interfaces sliding at the microscale and this effect is measurable at larger scale. This interpretation contributes to a more comprehensive understanding of the mechanical behavior of martensitic microstructures.

4.2 Introduction

The continuous progress in micromechanical techniques, characterization methods, and Crystal Plasticity Finite Element Modeling (CPFEM) have unveiled novel insights into the mechanical behavior of lath martensite microstructures. For good reasons, alloys composed of lath martensite are widely used in major industries, such as the automobile (Liu et al., 2018) and energy sector (Malik et al., 2024). The reasons of their extensive use are numerous: High mechanical properties (Krauss, 1999), the possibility of benefiting from the TRIP effect (Levesque et al., 2023) and a noticeably high tenacity (Chen, 2013). Over the past two decades, numerous researchers have concentrated their efforts on a variety of phenomena that arise from this intricate microstructure. A non exhaustive list would comprise of:

1. The different autotempering capacity of the coarse and thin laths giving rise to heterogenous mechanical behavior (Hutchinson et al., 2011; Morsdorf et al., 2015);
2. The anisotropic behaviour of the plasticity development rationalized by the *in-lath* and *out-of-lath* scission (Du et al., 2016b; Kwak et al., 2016; Kwak et al., 2022; Mine et al., 2013; Morsdorf et al., 2016; Nambu et al., 2009; Schastlivtsev et al., 1999; Ueki & Morito, 2025);
3. The competition between interface and crystallographic sliding observed at different scales and on different interface types, i.e, between lath, block, packets and prior austenite grain (PAG) (Du et al., 2016b; Morsdorf et al., 2016);
4. The presence of anisotropic micro-residual stresses in the microstructure (Archie et al., 2018);
5. The high density of mobile dislocations produced by the γ - α' transformation (Berecz et al., 2016; Harjo et al., 2016; Jo et al., 2017; Macchi et al., 2021; Morito, Nishikawa, et al., 2003; Nakashima et al., 2007; Takenouchi et al., 2022);
6. The double Kurdjumov-Sachs (K-S) Orientation Relationship (OR) between adjacent variants of different Pre-Austenite Grain (PAG) (Archie & Zaefferer, 2018);
7. The low yield stress and gradual yielding during tensile testing (Badinier et al., 2015; Hutchinson et al., 2018; Takaki et al., 2012; Takenouchi et al., 2022);

Interestingly, most of those mechanisms could, to a certain extent, contribute to the gradual yielding of the microstructure at low stress. Such hypothesis is still debated in the literature, and some interesting viewpoints have been proposed. To highlight the phenomenon, Figure 4.1 presents a comparison between a *conventional* tensile curve (full curve) and a tensile curve in which the non-linearity is noticeable (dashed curve).

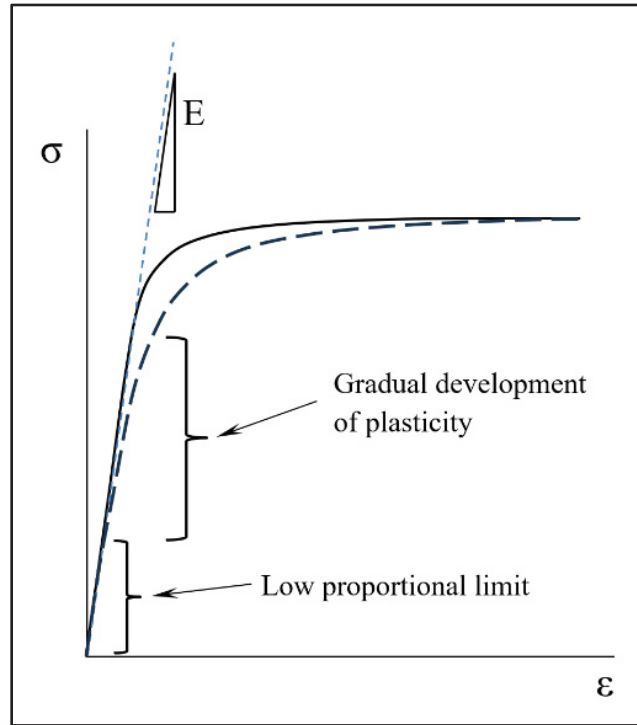


Figure 4.1 - Schematization of the gradual yielding phenomenon

From the point of view of the composite continuous approach (CCA), each phase possesses a log-normal probability distribution function of yield stress, $f(\sigma_{Y-S})$, from which a cumulated fraction, $F(\sigma_{Y-S})$, dictates their occurrence in the microstructure (Allain et al., 2012). No consideration to the microstructure is introduced in the model. The behaviour of the composite is solely determined by the Young modulus and the yield strength. From the lowest value, to 90% of the cumulative distribution, the yield strength can range over a factor $\sigma_{Y-S_90\%}/\sigma_{Y-S_min} \approx 6.25$. This simple, yet efficient way of modeling martensite to the macroscopic level, reveals excellent regression of several tensile curves of martensitic steels, containing a wide range of carbon i.e $0.05 < \text{wt.\%C} < 0.4$. Although such a range of yield strength has not been

experimentally observed, nanohardness measurements have demonstrated that the mechanical properties of laths are heterogeneous (Kwak et al., 2022; Morsdorf et al., 2015) and that this heterogeneity depends strongly on the carbon content (Kwak et al., 2022). Indeed, the data produced from a nanohardness mapping reveals that a factor ≈ 2.1 exists between the hardest and softest laths (Morsdorf et al., 2015). However, when the data is segmented to include only nanohardness performed in the center of thin and coarse laths, the factor reduces, for averaged nanohardnesses, to a value of ≈ 1.09 . Interestingly, the authors of this paper observed that this value corresponds to the ratio of dislocations density, ≈ 1.11 , between thin ($1.62 \pm 0.16 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$) and coarse laths ($1.46 \pm 0.03 \times 10^{14} \text{ m}^{-2}$), respectively. Those differences in dislocation densities and nanohardnesses have been rationalized by Morsdorf et al. by the sequential transformation and the higher proficiency of coarse laths to autotemper during the transformation. Indeed, being the first to transform, coarse laths are not wedged by the surrounding microstructure and this ease to transform results in a homogeneous Kernel Average Misorientation (KAM) when compared to thin laths. They also experience higher temperatures for a longer period, resulting in a greater carbon segregation in the form of carbon defect in the microstructure.

In addition to the heterogeneity of the mechanical properties of individual laths, studies have shown that lath martensite exhibit an anisotropic slip behaviour. Numerous studies have clearly demonstrated that slip is preferred on systems that are parallel to the habit plane or *in-lath*, in comparison to the *out-of-lath* scission. One of the first study on the subject demonstrated the peculiar behaviour of the $\{110\}$ systems to be activated at low strain, prior to the activation of the $\{211\}$ and $\{123\}$ systems at higher strains in quenched pseudosingle crystals made of millimeter large packets of 15CrNi4 and 37CrNi3 structural steels (Schastlivtsev et al., 1999). A recent study showed that the ratio of out-of-lath over in-lath critical resolved shear stress (CRSS) was calculated to be 1.40 ± 0.13 and 1.48 ± 0.18 for micro specimen machined from a single block and a single packet, respectively. It was also demonstrated to be independent of the carbon content over a wide range, $0.0023 < C < 0.55$ (% mass) (Kwak et al., 2022). The most recent work on the subject showed that micro-tensile specimen oriented for in-habit-plane gliding favors the flow of edge dislocations through sub-block and lath boundaries while they

are restrained of such gliding by the same boundaries when the sample are out-of-habit-plane gliding oriented. (Ueki & Morito, 2025)

The anisotropic nature of slip in lath martensite was also clearly highlighted by Du and al. (Du et al., 2016b). Motivated by the observations of previous work where plastic deformation was observed parallel to lath boundaries at low strains, the authors performed a series of experiments where interface gliding was undoubtedly observed at block and sub-block boundaries. Such behavior was also observed in the work of Kwak et al. the same year but went unnoticed (Kwak et al., 2016). In the same period, a study extended those observations to packet boundaries and proposed a graphical representation of the different mechanisms of deformation in lath martensite (Morsdorf et al., 2016). The exact nature of this gliding is still to be proposed but some authors suggested that the interlath retained austenite could act as a greasy film and facilitate the plastic deformation of the microstructure.

In a similar way, martensite variants transformed from the same pre austenite grain boundary (PAGB) were shown to exhibit a double K-S OR which allowed the boundary to be coherent from variant to variant (Archie & Zaefferer, 2018). Interestingly, the tensile curve extracted from the microbending experiment was absent of hardening compared to variants that were not sharing the double K-S OR.

From a simulation perspective, Briffod et al. introduced different sources of anisotropy and proposed that *in-* and *out-of-lath* scission combined with boundary sliding would give the most accurate comparison with experiment over 3 others simulation cases (Briffod et al., 2018). The comparison was performed on strain distributions measured by digital image correlation (DIC) and simulated on a 2D realistic microstructure of a Dual Phase (DP) steel using multi-scale anisotropic tessellation that rendered the needle-like morphology of the lath martensite. This result emphasizes the importance of the interface sliding on the plasticity evolution in lath martensite. Kwak and al. also showed that CPFEM simulations of single block of martensite compared better to experiments when the anisotropy is included in the constitutive law (Kwak et al., 2016).

To those factors, two others have been hypothesized to influence the non-linear behaviour of the tensile curve. They are the density of mobile dislocations (Nakashima et al., 2007; Takenouchi et al., 2022) and the presence of type-II (micro) residual stresses (Hutchinson et al., 2018), both introduced by the martensitic transformation. Although their effect is still debated in the literature, they come from the same source and neither of them would exist without the other. In fact, it is widely accepted that martensitic transformation produces Geometrically Necessary Dislocations (GNDs) (Liu et al., 2017; Moerman et al., 2011) because of the strain incompatibility. As the temperature decreases and the ambient temperature is reached, the strain incompatibility remains and produces a field of microresidual stresses in the microstructure.

From the point of view of Hutchinson et al. (Hutchinson et al., 2018), the low yield stress and further gradual yielding observed in tensile curves of as-quenched martensite is mostly rationalized by the presence of type-II residual stresses. Their hypothesis was supported by synchrotron measurements of the lattice parameters. They showed that an asymmetric narrowing evolution of the Full Width Half Measure (FWHM) exists during a tensile test. The evolution of the compression strains was linear for the entire test, but the tensile strain deviated from linearity as the non-linearity appears during the tensile test. A simplified CPFEM modelization of a synthetic microstructure containing equilibrated micro-residual stresses also presented the same lattice strains evolution. Even if their choice of yield stress for a single crystal was unusually high, in the range of 2 GPa, their simulation was able to predict the early yield stress of their experiment with a very good agreement.

On the other hand, other studies have concluded that the progressive yielding and low yield stress of as-quenched lath martensite is the result of a high density of mobile dislocations left after the martensitic transformation (Jo et al., 2017; Nakashima et al., 2007; Takenouchi et al., 2022). Upon straining, those dislocations move, thus promoting plasticity, interact and annihilate as was shown by the rapid decrease of dislocations density estimated by XRD analysis.

A similar trend has been observed at the nanoscale during an in-situ solicitation of what the authors of the study suggested are lath-lath and block-block interfaces (Ohmura et al., 2004).

While the lath-lath interface tended to retain the dislocations at their boundary until a critical stress is reached, the block-block interface absorbed the dislocations and promoted out of plane plastic accommodation. This block-block behavior has also been observed by Morsdorf during the solicitation of lath martensite where out of plane gliding, referred as interface gliding, was noticed at the interface. Interestingly, both nanoscale and milliscale experiments observed the interface gliding on (110) plane and most probably on the *in-lath* (110) plane, as the *in-lath* gliding was confirmed in Morsdorf et al. work.

Thus, based on the most recent literature, the debate over the interpretation of the early and gradual yielding of quenched lath martensite during tensile testing is still ongoing. Although several explanations have been proposed, no consensus seems to have been reached. To contribute to the ongoing interrogation, an investigation of the tensile behavior of a low carbon quenched lath martensitic stainless steel at different scales is proposed. This approach is expected to reduce the influence of type-II residual stresses resulting solely from volume reduction, down to the micron scale. Residual stresses relaxation by a prolonged stay at 500 °C for 2 hours was also included in the experimental procedure as another mean of investigating the influence of residual stresses on the mechanical properties. To the authors knowledge, such a direct comparison of tensile test at different scales has not been explored.

4.3 Experimental methods and materials

4.3.1 Material SEM observation and chemistry

The material used in this study was the wrought version of the 13Cr-4Ni alloy, known as S41500, a low carbon martensitic stainless steel. The exact chemical composition of the bulk is presented at Tableau 4.1 and compared to the ASTM standard (ASTM, 2022). Mosayebi et al. [34] reported an average equivalent diameter of 158 μm for prior austenite grains (PAGs) in the cast variant of CA6NM steel, measured using the electron backscatter diffraction (EBSD) technique. This specimen had undergone a heat treatment comparable to that applied

in the present study. SE/BSE pictures are presented at Figure 4.2 to appreciate the microstructure.

Tableau 4.1 - Chemical composition (wt %) of the bulk S45100 from which the different samples were made of, compared to ASTM A240 standard

	C	Si	Mn	P	S	Cr	Mo	Ni
ASTM	<0.05	<0.6	0.5-1.0	< 0.03	< 0.03	11.5-14	0.5-1.0	3.5-5.5
Measured	0.0182	0.53	0.69	0.017	0.0017	11.88	0.62	5.35

The SE images clearly show carbide decoration at lath boundaries and in the matrix of both thin and coarse laths. The BSE image was added mainly to assess the features of the microstructure.

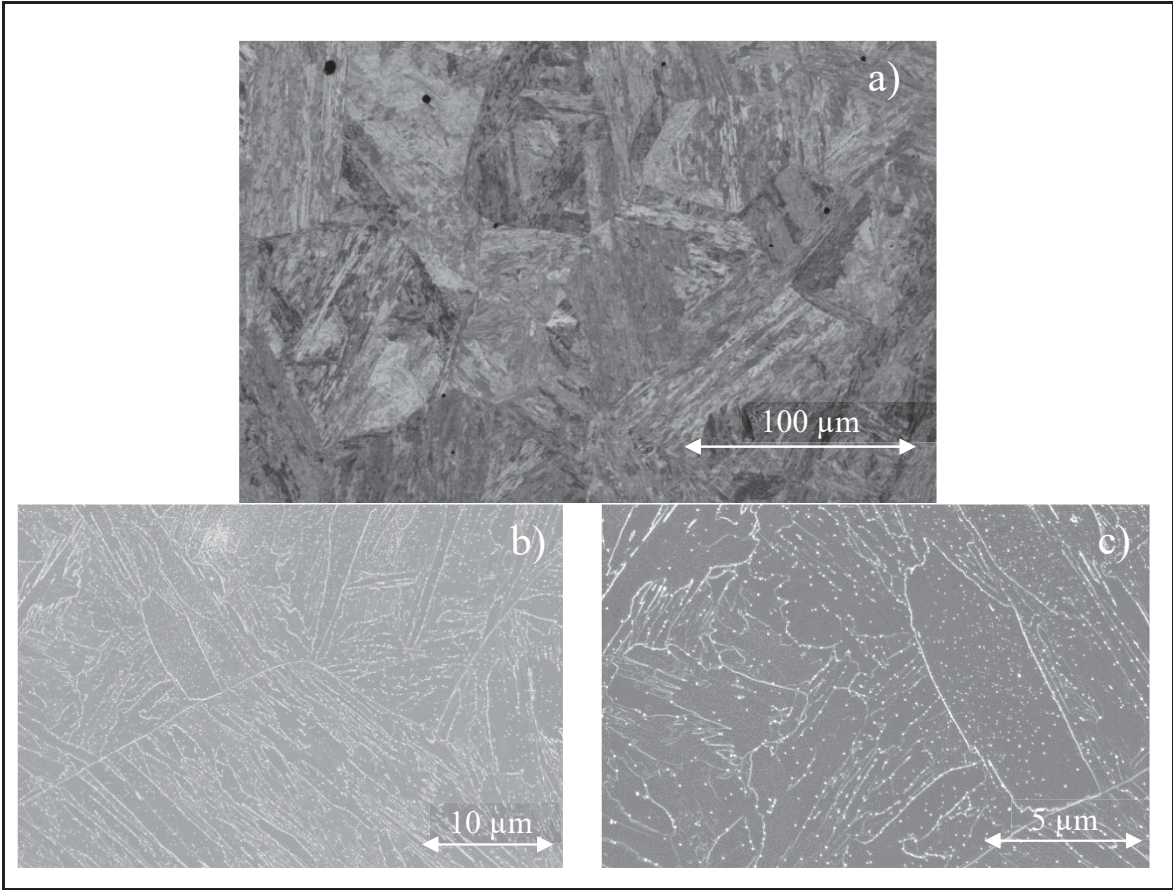


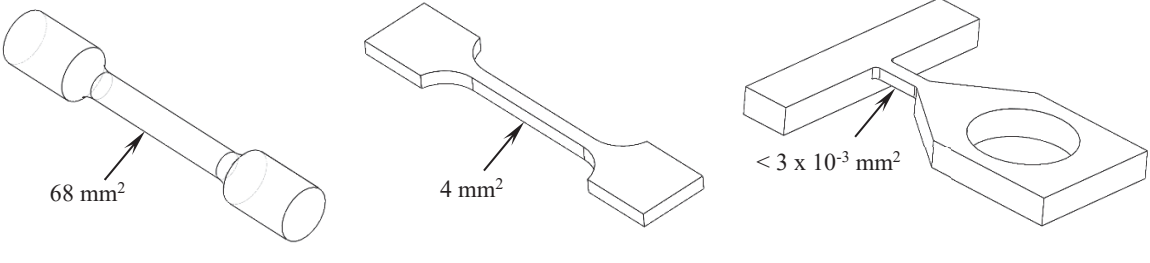
Figure 4.2 - Microstructure of the air-quenched S41500 observed with a) BSE at 1300X and b), c) with SE at 10 000 X and 24 000X, respectively. Observation made using a ThermoFisher Helios 5 Dualbeam

4.3.2 Microstructural nuances and specimens' fabrication

As stated in the introduction, two nuances of microstructures were tested. The air-quenched nuance was produced by an excursion at 1050 °C for 1 hour and passively cooled to ambient temperature. The relaxed version was tempered at 500 °C for 2 hours after being air-quenched. All the specimens were machined after their respective heat treatment.

The various specimens and their respective cross section area are presented at Tableau 4.2 as well as their scale, the dimensions of their reduced sections and the method of fabrication.

Tableau 4.2 - Specimens dimensions and fabrication method. The dimensions are defined as: Length (L), Width (W), Thickness (H) and Diameter (D)

		
Macro	Milli	Micro
(L x D) [mm]	(L x W x H) [mm]	(L x W x H) [μm]
54 x 9.53	50 x 2 x 2	25 x 30 x (7 < H < 10)
<i>Conventional lathe</i>	<i>EDM</i>	<i>PFIB</i>

The surface finish of the macro specimen was within the specification of the ASTM standard E8 (ASTM, 2022). Although the surface roughness of the millitensile specimens was not measured, a particular attention was given during the final passes to smooth the surface finish. The microtension specimens were prepared from a wedge-like sample cut from the bulk using Electrical Discharge Machining (EDM) and then finished by electropolishing. The final shape of the microsample was cut using a Xenon Plasma Focused Ion Beam (Xe-PFIB). The shape and method were inspired from previous work (Wheeler et al., 2015) and used in other studies (Deschênes et al., 2022). To appreciate the microtension specimens and their respective

microstructure, Scanning Electron Microscopy (SEM) images and EBSD scans are presented in Figure 4.3. The white dashed rectangles in Figure 4.3 a) and b) represent the regions of interest shown by EBSD in Figure 4.3 c) and d) and the orange arrows, the loading direction. White scale bars have been added to facilitate the reading. The microtension experiments were performed in a way to activate *in-lath* and *out-of-lath* deformation mechanisms, respectively. Those configurations were chosen to quantify the heterogeneity of intergranular mechanical properties.

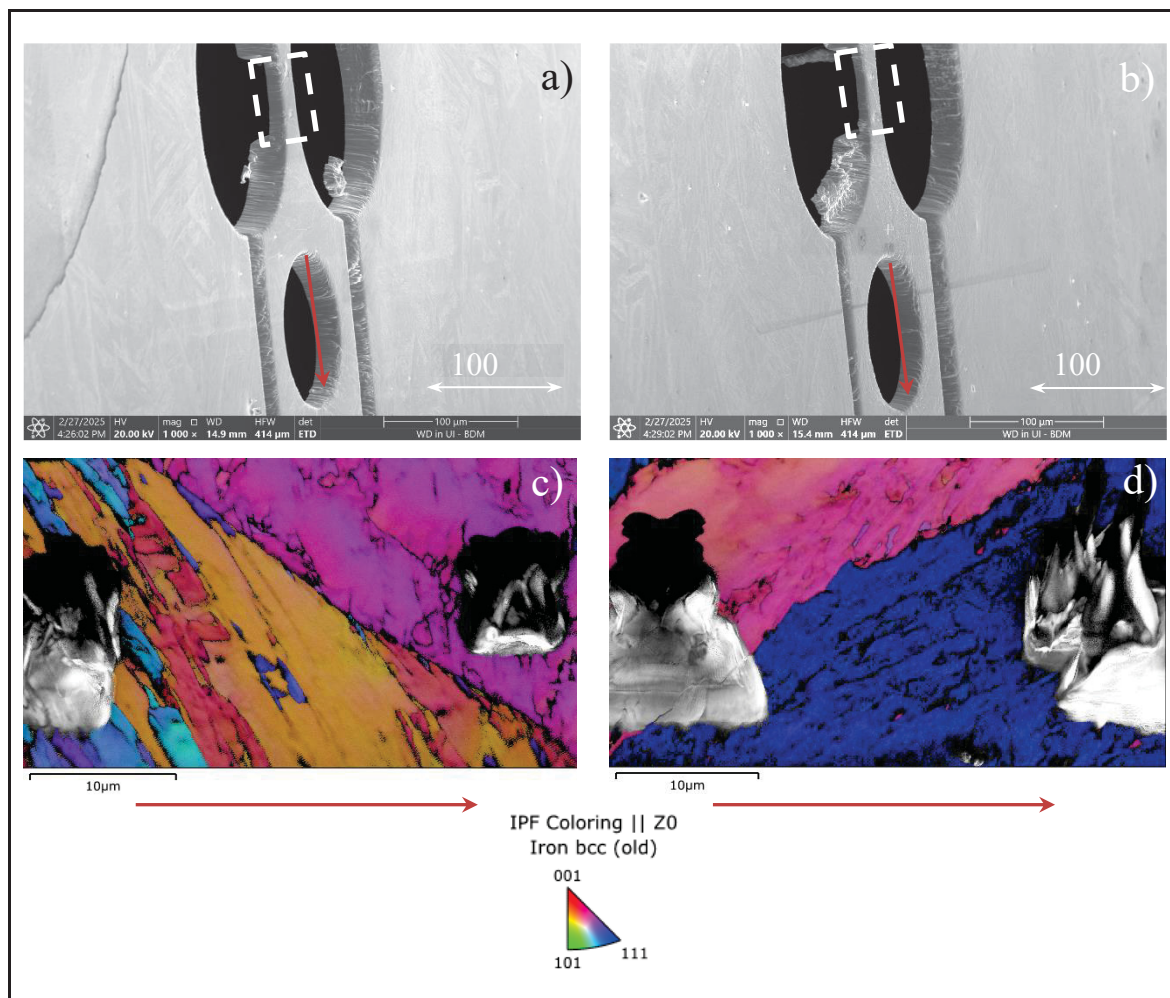
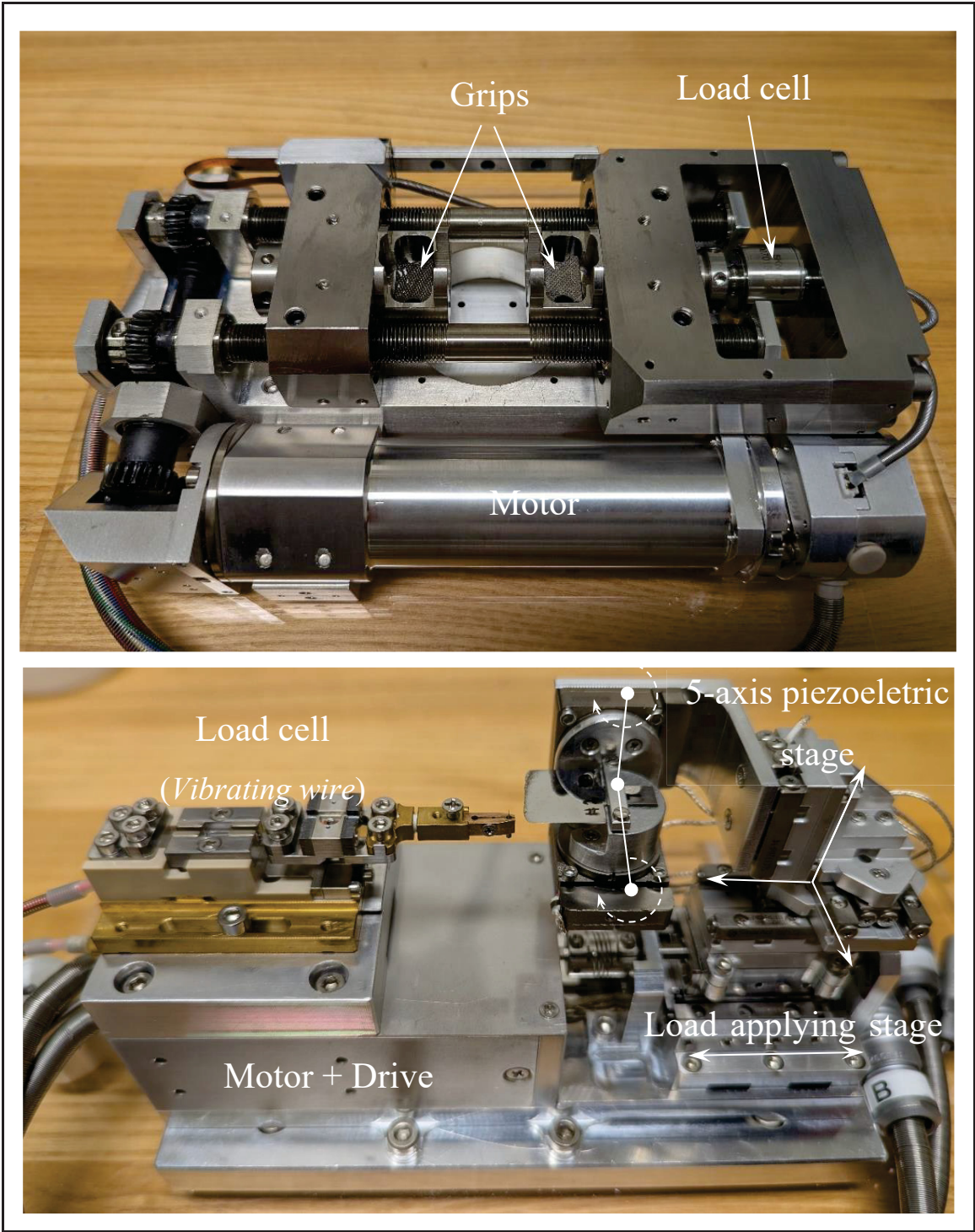


Figure 4.3 - SEM images of tilted microsamples and their respective EBSD scans. The non-indexed gray forms are the tungsten deposition marks. The brightness of Figure 4.3b) was adjusted to increase the clarity

Importantly, the loading holes were machined to be approximately 2 times thicker than the reduced section. Previous experiments showed that a thicker backing could potentially introduce a bending moment in the transverse axis of the specimen.

4.3.3 Mechanical testing

The samples were tested by incremental strain steps followed by a relaxation period. The strain increases in the elastic region were limited to raise the nominal stress by 20 MPa. The load increases were imposed at a strain rate of $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ using different testing equipment's. For the macro tensile specimens, an Instron 100 kN servo-hydraulic machine was used and the relaxation was done by maintaining the extensometer (nominal strain) to a constant value. The millitension specimens were tested on a 5 kN Kammrath & Weiss (K&W) tensile module and the microtension specimens were tested on a 2 N K&W custom-made compression-tension module. The later is equipped with a high precision controller that allowed very fine tuning of the translation speed, down to 1 nm/s and the loading pin is made out of a Gühring Micro Precision HSS drill of 0.09 mm diameter. Both K&W modules are presented at Figure 4.4 and for all specimens tested with those modules, the relaxation was performed by holding the head/pin to a fixed displacement.



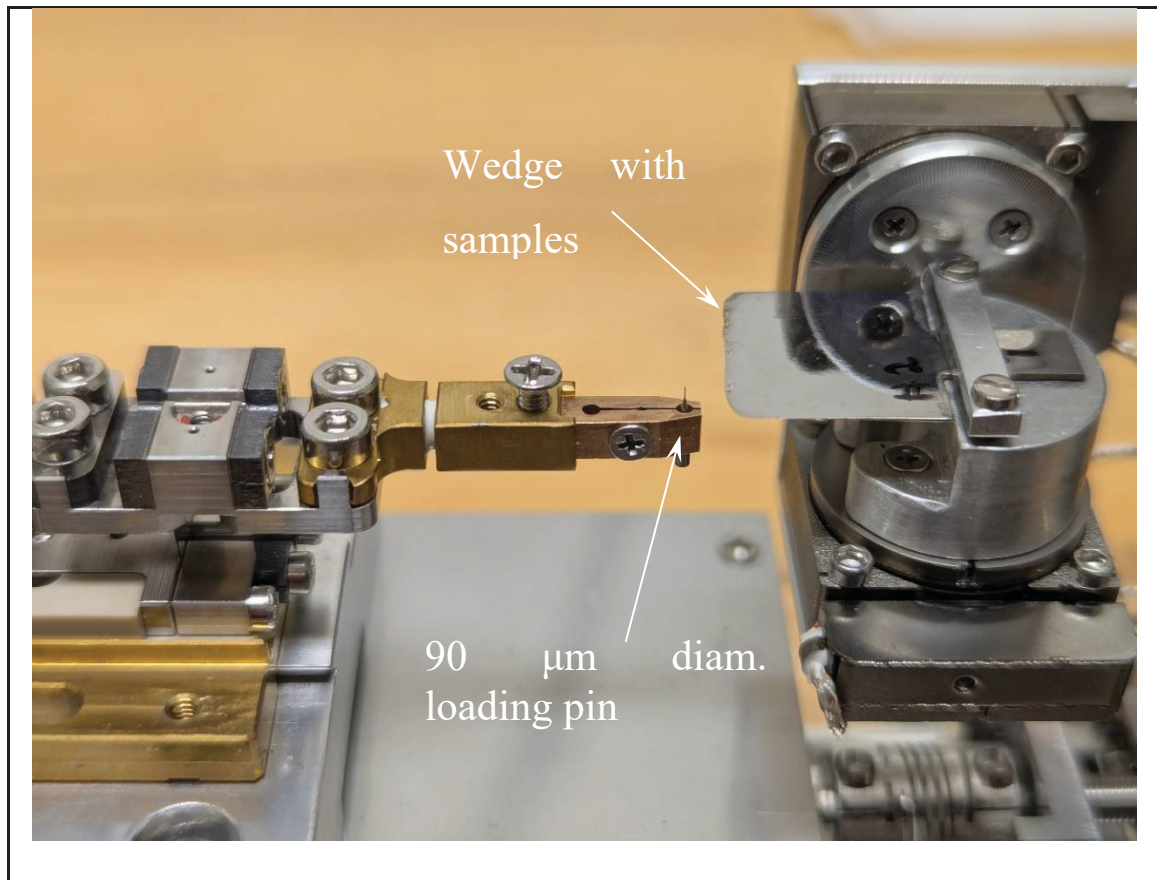


Figure 4.4 - Presentation of the K&W tensile modules for a), the milliscale, b), the microscale specimens and c), a close up on the load application section

The hardness of both nuances were also measured. The average over 5 measures produced 31.3 HRC and 32.3 HRC for the air-quenched and tempered microstructure, respectively.

4.3.4 The Onset of Plasticity via Relaxation Analysis (OPRA)

For all specimens, a relaxation period of at least 30 seconds was imposed to insure a proper identification and fit of the stress decrease in the plastic regime. The relaxation intervals were fitted using the Matlab® *polyfit* function using a quadratic equation. The OPRA was identified when the parameters $b < 0$ and $c > 0$ in the equation $\sigma(t) = at^2 + bt + c$ became negative and remained negative for the next two consecutive load steps. This threshold informed us that the left part of the quadratic curve, situated in the second quadrant was used to fit the non-linear

decreasing stress relaxation. It is noteworthy to mention that the OPRA was measured using an adapted version, by the authors of this paper, of the work of Pandey et al. (Pandey et al., 2016). Figure 4.5 presents an exemple. Although this equation is physically not relevant to fit the entire relaxation, it was sufficient to identify the first occurence of relaxation in the tests. The stress at the OPRA was calculated as follow:

$$OPRA = \frac{\sigma_{i,Relax} + \sigma_{i-1,Relax}}{2} \quad (4.1)$$

where $\sigma_{i,Relax}$ represents the stress at which the first relaxation was observed.

A reduced portion of the maintain period was used in the fitting procedure. This choice was made visually to avoid the time interval where the equipment's PID tried to reach the desired target.

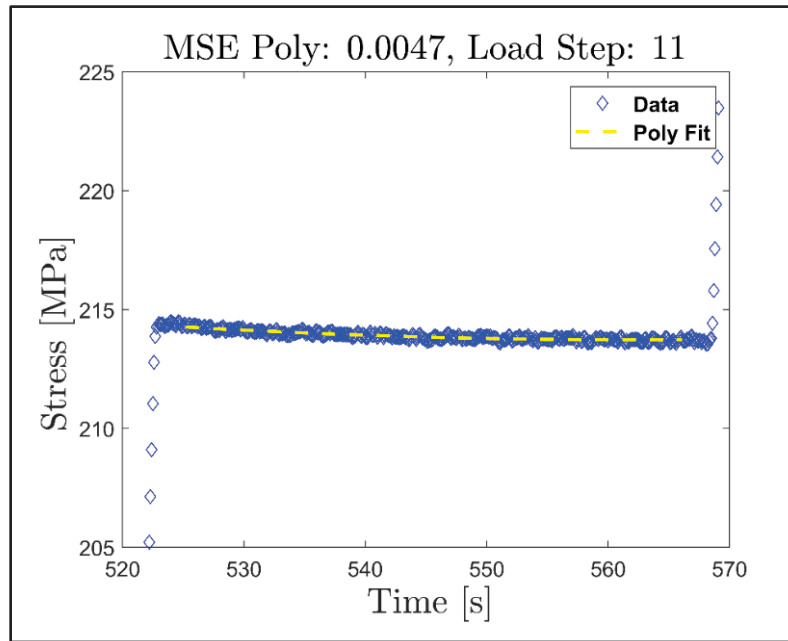


Figure 4.5 - Fit example of the air-quenched macro specimen using the quadratic equation.
Load step number 11. $\sigma(t) = 0.0018t^2 - 1.9256t + 738.175$, MSE = 0.0047

4.4 Results

4.4.1 Strain rate influence

First, in order to minimize the uncertainty related to the experimental method, the influence of the strain rate on the overall mechanical behavior was investigated at the milli and macroscale. Even though the imposed strain rate was $\dot{\epsilon} = 10^{-4} \text{ s}^{-1}$, a small variation of strain rate exists between each test performed on different equipment, specially those where the installation of in-situ extensometer was not possible. Thus, strain rates ranging from $2.65 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1} < \dot{\epsilon} < 10^{-3} \text{ s}^{-1}$ were tested and compared at both macro- and milliscale. The strain rate value of $2.65 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$ was accomplished to produce at least one set of data that complies with the ASTM E8 standard (ASTM, 2022), which requires a minimal strain rate of 0.015 mm/mm/min ($2.5 \times 10^{-4} \text{ s}^{-1}$). The results presented at Figure 4.6, clearly demonstrate the absence of strain sensitivity in the range tested since all the curves (4) are superimposed for different $\dot{\epsilon}$, at both scales. The 1st P-K stress is equivalent to the nominal stress applied on the sample, $\sigma = \text{Force}/\text{Area}$.

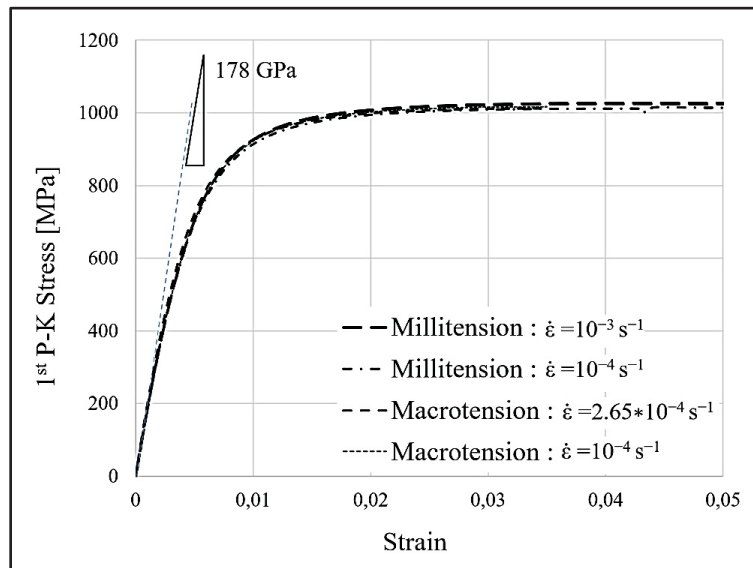


Figure 4.6 - Comparison of tensile curves produced at different strain rates and scales for the air quenched microstructure. The Young modulus (blue line) was calculated from the elastic region, before the OPRA

Since there was no major difference between the macro- and milliscale results, a summary of macrotension tests for the air-quenched and tempered microstructures will serve as reference and is shown in Figure 4.7. In this figure, the difference between the tensile behavior of the two microstructural nuances can be appreciated. As presented, the difference is mainly restrained to the transition between the elastic and plastic regime. In the air-quenched version, a gradual yielding of the specimen is observed until the stress applied reached 800 MPa. On the contrary, the transition of the tempered version was sharper, and the curve exhibited an almost ideal elastic-plastic behavior. The effect of tempering on the early yield of martensite was also reported in the literature (Hutchinson et al., 2015).

The Young moduli were calculated for both as-quenched and relaxed microstructures and yielded 178 GPa when the strain-stress intervals were chosen to be between 0 MPa and their OPRA values. It is noteworthy to mention that the OPRA was used as the upper limit to consider only the elastic strain regime.

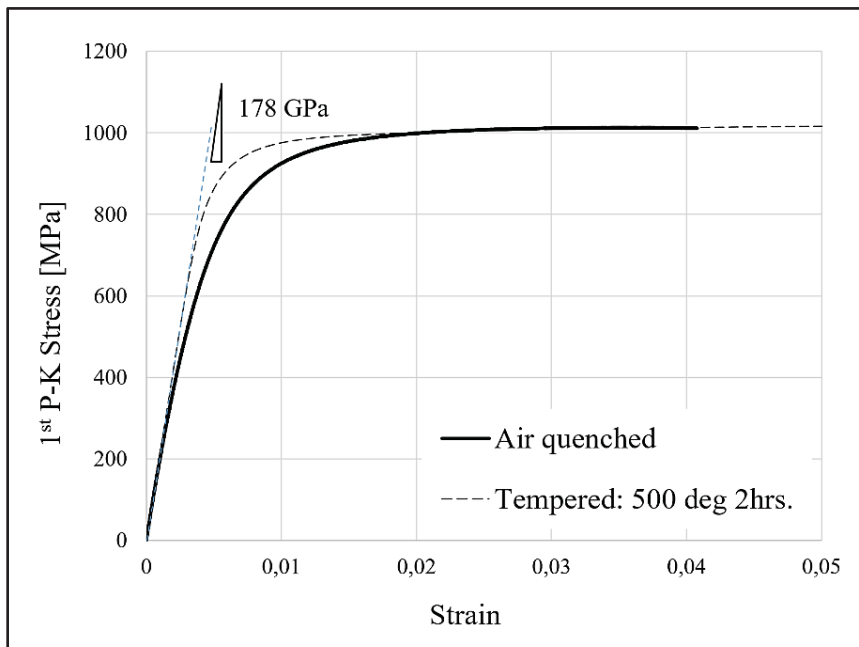


Figure 4.7 - Macrotension tests performed on the air-quenched and tempered microstructures

4.4.2 Microplasticity development and mechanical behavior at different scales

Following the strain rate influence validation, the relaxation tests were carried on specimens presented at the Tableau 4.2. Figure 4.8 presents the distribution of the parameter b versus the nominal stress applied during the tests. The round, square and diamond symbols correspond to the macro-, milli- and microscale, respectively. As for the colors, the red color represents the tempered version, and the black and blue colors represent the air-quenched nuance for different samples tested at the same scale.

Based on OPR values, there is a similitude between the mechanical behaviour of air-quenched macro- and milli-tensile specimens. This observation indicates, like the conventional tensile curves produced at Figure 4.6, that the microstructural volumes tested were statistically equivalent, as well as other internal properties. Therefore, no scale effect was observed.

The same similitude can be observed between the air-quenched, Figure 4.8 c), and tempered microstructure, Figure 4.8 d), for the micro- and macrotension specimens, respectively, although differences in OPRA exist between the two scales *i.e.*, 9% on average.

On the contrary, the macro- and microscale experiments for the air-quenched microstructure show a significant difference in OPRA. On average, 413 MPa separate the two values at their respective scale. Moreover, the smooth transition between the elastic regime and a predominantly plastic regime on Figure 4.8 a) and b) is somewhat contrasted with the sharp transition observable at Figure 4.8 c) and d). The former corresponding more with a sequential yielding in the underlying grains rather than a sharp elastic-plastic transition seen in the latter. It is noteworthy to mention that this sharp transition is usually observed in microscale specimen tested in tension or compression (Deschênes et al., 2022; Ghassemi-Armaki et al., 2013; Kwak et al., 2022; Ueki & Morito, 2025).

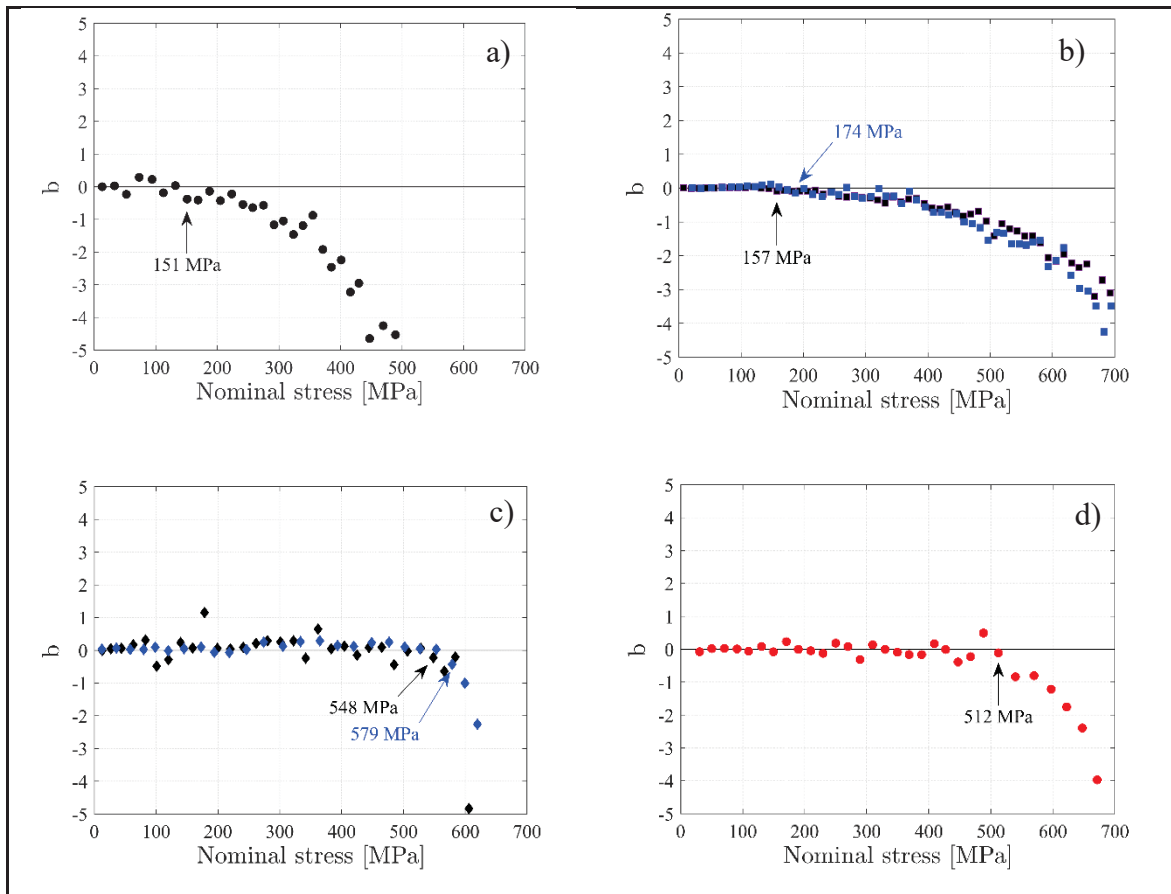


Figure 4.8 - Distribution of the b parameter during the relaxation test for the air-quenched a) macrotension (circles), b) millitension (squares) c) microtension (diamonds) specimens, and d) the tempered macrotension specimen. The arrows indicate the onset of plastic relaxation. The black and blue color are related to the air-quenched specimens and the red color, to the tempered specimen

To further continue the analysis, SEM observations of the plastic slip development on microtension specimens are presented in Figure 4.9. At Site 1, a distinct instance of lath interface sliding was observed, characterized by laths oriented at 55° relative to the loading direction, as emphasized by the yellow ellipse. This deformation mechanism was proposed, and still believed by the community, to be the weakest link of the lath martensite microstructure. Commonly referred to as *in-lath* slip, a significant difference in CRSSs is usually observed when compared to the *out-of-lath* CRSSs. This is the case for the Site 2, as the *out-of-lath* slip configuration increased the OPRA by 6% but the CRSS by 23%. The block boundary, highlighted by white arrows, had a V1-V5 K-S OR characteristics with a

disorientation of 60° over a rotation axis near $[0\bar{1}\bar{1}]$. The CRSS is coherent with precedent values from single martensite blocks in low and ultra low carbon martensite (Deschênes et al., 2022; Du et al., 2016a). The stereographic projections of both sites are available at Figure 4.10 and were produced using MTEX 6.1.0 toolbox (Bachmann et al., 2010). Tableau 4.3 presents a summary of the microtension experiments.

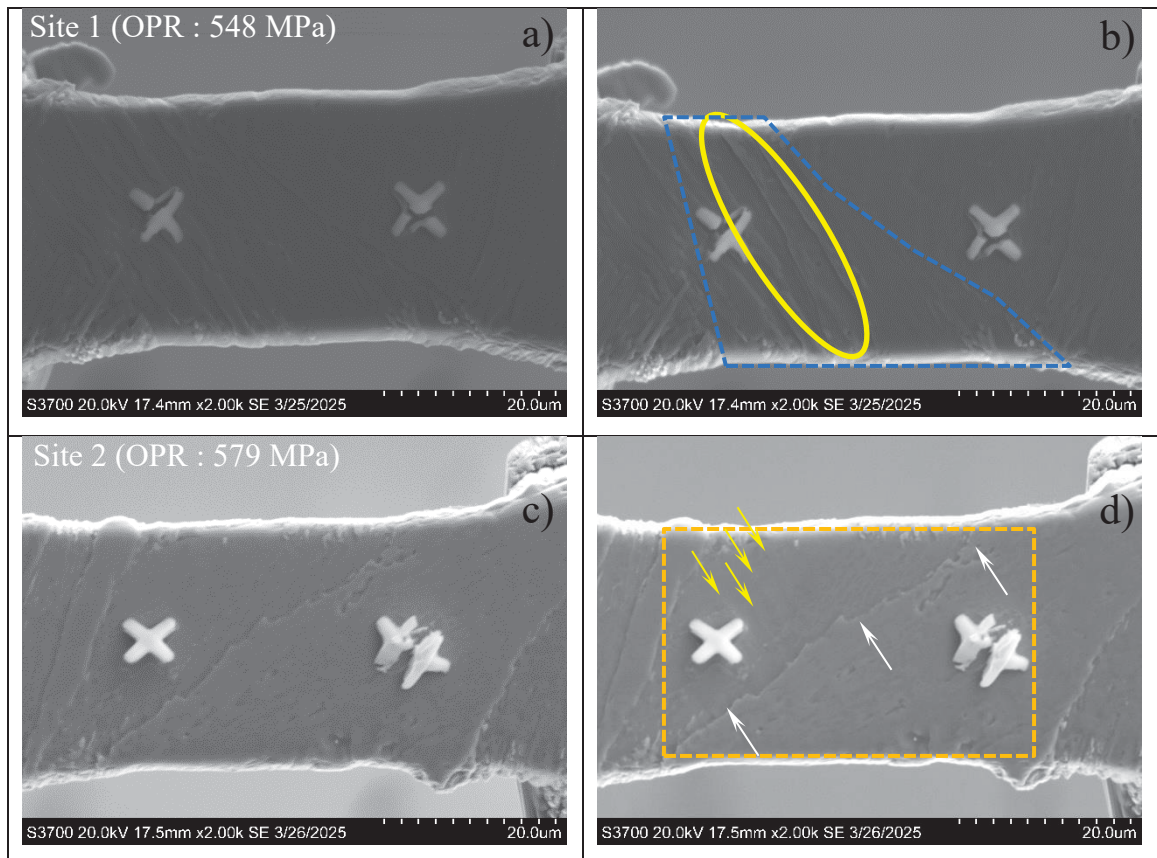


Figure 4.9 - Initial (a, c) and deformed (b, d) microtension specimens. The x's served as fiducial marks to center the images during the test. The yellow ellipse and arrows highlight the location of the deformation zones. The colored dashed forms represent the area used for the stereographic projection

Tableau 4.3 - Summary of the slip activity and mechanical properties measured from microtension experiments. Bold Schmid factor represents the active slip system. The dots between brackets represent slip systems between the highest and the active slip system

	Site 1	Site 2
Euler angles at slip activity [rad]	$\varphi_1 = 5.969$	$\varphi_1 = 5.707$
	$\theta = 0.314$	$\theta = 0.314$
	$\varphi_2 = 0.123$	$\varphi_2 = 0.995$
Highest Schmid factors	$0.498/(2\bar{1}1)$	$0.495/(\bar{1}01)$
	[...]	$0.447/(\bar{1}12)$
	$0.426/(110)$	$0.437/(101)$
Observed slip system trace	$(110)/[\bar{1}11]$	$(\bar{1}\bar{1}2)/[\bar{1}11]$
Schmid factor of activated slip system	0.426	0.495
Applied nominal stress prior to relaxation [MPa]	548	579
Slip resistance, s^a [MPa]	233	286

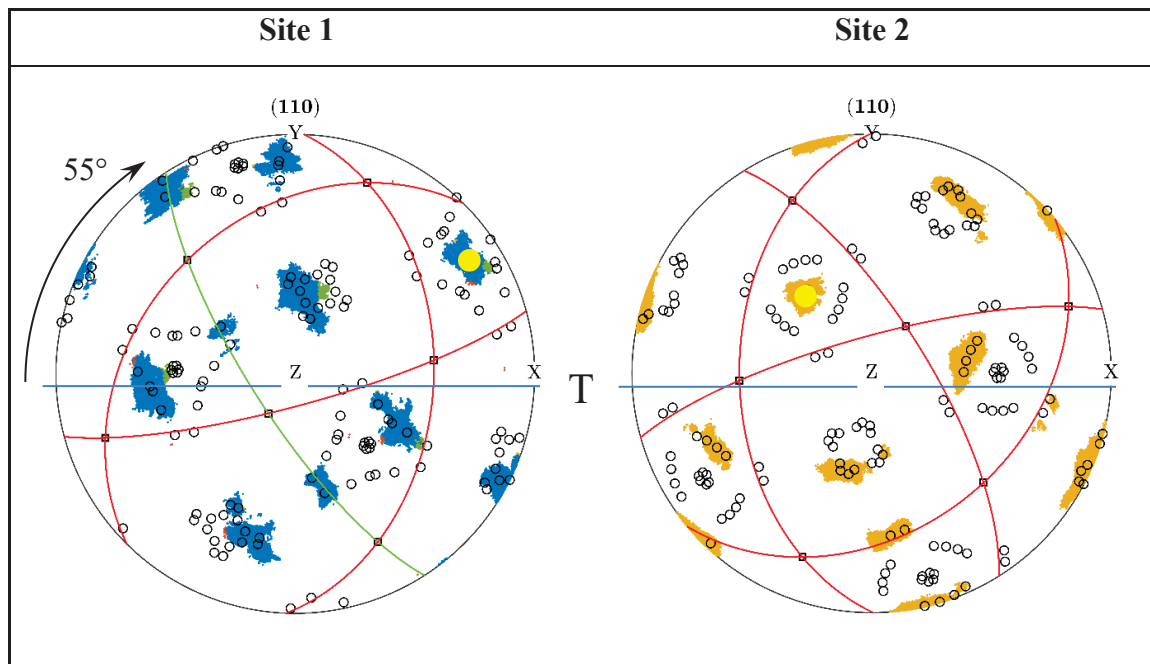


Figure 4.10 – Stereographic projections obtained from delimited dashed contours of Site 1 and Site 2. The red lines correspond to $\langle 111 \rangle$ and the green line represents the in-lath slip configuration at Site 1, while yellow dots locate the habit plane. The traction direction is defined by the letter T

To appreciate the results from another perspective, the OPRA are plotted versus the solicited volume. Remarkably, the similitude between the OPRA for tempered macroscale and air-quenched microscale is striking. The red line in Figure 4.11 serves as a comparison between the volume tested in this study and the measurement of micro residual stresses performed by Archie *et al.* using the DIC technique (Archie *et al.*, 2018). To reduce the confusion, the red line is not a distribution of OPRA vs. the volume, but solely a volume reference. This study will be further discussed in the next section.

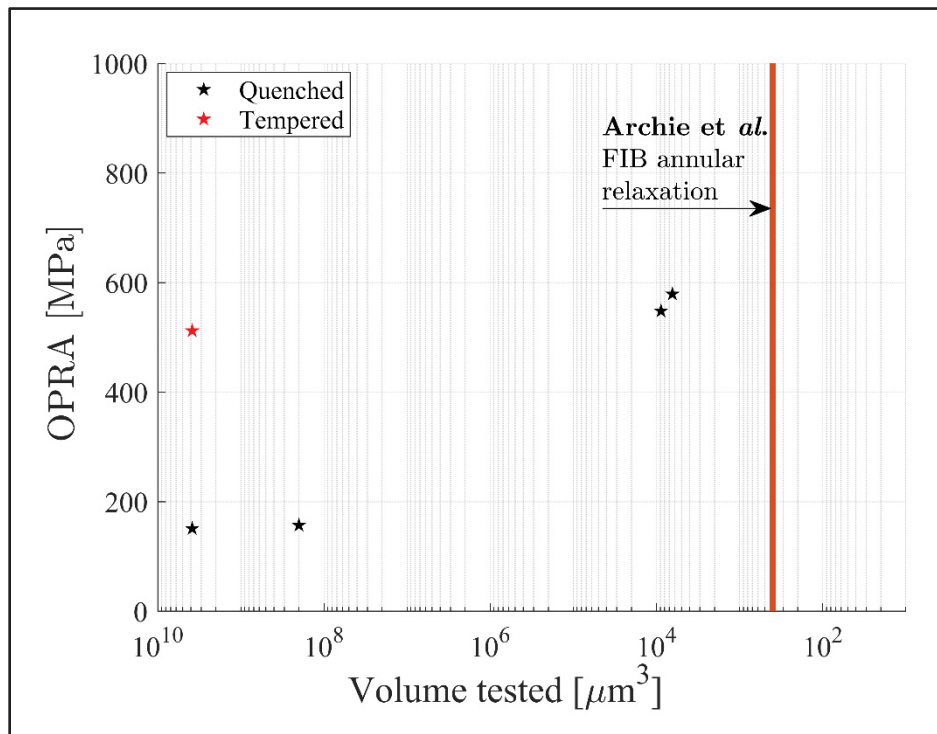


Figure 4.11 - Distribution of OPRA versus the microstructural volume tested for air-quenched (black) and tempered (red) specimens

4.5 Discussion

The present section starts by reviewing some factors that could explain the observed phenomena without relying on the transformation induced residual stresses. The discussion is then closed by a convincing evidence about the influence of residual stresses on the macro behavior of quenched lath martensite.

4.5.1 Scale effect: Smaller is stronger

One of the main concerns one could have regarding the increase of OPRA at the microscale is the fact that the reduction in tested volume to lower scale, especially nanoscale, is often followed by an increase in yield strength (Fleck et al., 2003). This experimental observation is rationalized by two concepts. The presence of Geometrically Necessary Dislocations (GND) caused by a strain gradient and the dislocations deprivation phenomena. In the former, a strain gradient is induced by two configurations: 1) a lattice curvature and/or 2), a gradient of slip rate on an active plane (Dai, 1997).

From those configurations, only one is suspected to have taken place in the microtension experiments, which is the gradient of slip rate produced by the block boundary in Site 2. However, at a much larger scale, the macroscale, those boundaries should play a significant role in the plasticity development (Hall-Petch effect), yet the OPRA (in this case, the nominal macrostress imposed to the sample) measured at the macroscale is significantly lower than the CRSS calculated for both microtension specimens. Although nominal stresses and CRSS are two different quantities, a higher nominal stress is expected. This discrepancy suggests that either the microstructural barriers, known to hinder the movement of dislocation, are somewhat less effective or that an internal force is facilitating the development of the plasticity. The authors of this paper do not believe that the former is realistic although some experimental evidence suggest that the double K-S OR facilitates the dislocation transport across PAGB (Archie & Zaefferer, 2018).

From the perspective of the dislocation's deprivation, the dimensions used in this study are not consistent with the development of this condition. Based on the work of Greer (Greer et al., 2005), a short analysis showed that similar dimensions should not lead a deprivation a dislocation when the breed coefficient of iron (Gilman, 1960) is used to calculate the smallest allowable dimension (Deschênes et al., 2022).

4.5.2 Relaxation of type-II residual stresses at microscale

Using a FIB to machine an annular trench, Archi et al. recently demonstrated that residual stresses are anisotropically distributed in the lath martensite microstructure (Archie et al., 2018). The measurements were performed using DIC during the sequential removal of an annular shaped trench around a tungsten decorated micropillar. At a depth of 5 μm , the relaxation strains measured on most of their micropillars had saturated, indicating that the stress field had fully relaxed. Interestingly, the final depth is similar to the thickness of the samples used in this study and in the same order of magnitude for the remaining dimensions. In addition, the samples used in this study are completely detached from the bulk, which increase the chance of a significant residual stress relaxation.

The reduction of type-II residual stresses in as-quenched martensitic steels have also been demonstrated in the literature. They are, a successive thickness reduction and a tempering heat treatment (Hutchinson & Brask, 2019). The heat treatment was shown to be more effective to reduce the residual strain than the thickness reduction.

Thus, based on those studies, it is plausible to assume that the content of residual stresses in the microtension specimen tested in this study was significantly reduced by the PFIB machining although it was not measured before testing.

4.5.3 Heterogeneity of mechanical behavior in lath martensite

As mentioned in the introduction, several authors have demonstrated that the mechanical properties of lath martensite are heterogeneous and anisotropic. Our results, among other studies results, also showed an anisotropic behaviour of lath martensite. This anisotropy resulted in a 23% increase in CRSS when the applied load vector was not facilitating the activation of *in-lath* or interface sliding parallel to the habit plane. However, the lowest CRSS measured in this study, 233 MPa for *in-lath* configuration, is still significantly higher than the calculated nominal stress prior to plastic relaxation in the macrotension specimens, measured at 151 MPa. Although, they are not directly comparable, those two values nonetheless highlight the fact that the anisotropic nature of the mechanical properties at the microscale cannot explain the low yield stress at the macroscale.

As for the heterogeneity of intragranular mechanical properties, Morsdorf and al. have calculated a 20% increase in hardness from thin to coarse lath. This increase, most probably influenced by the same ratio of dislocation density, is not sufficient to explain the ratio of mechanical properties that would be required to allow the microstructure to yield at 151 MPa. To verify this, the Taylor equation was used like:

$$\tau = \tau_0 + k \rho^{1/2} \quad (4.2)$$

where τ_0 represents the intrinsic CRSS of the material without dislocations, k a material constant and ρ the dislocation density.

The ratio of CRSS between the same material (τ_0 and k to be similar) having a 20% dislocation density difference is roughly 10%. At his lowest, the CRSS of a coarse lath in the *in-lath* configuration would be 211 MPa. This value is still higher than the OPRA measured at the macroscale. Thus, based on the Taylor equation, the influence of an heterogenous distribution of dislocation density in lath martensite is not sufficient to rationalize the important difference in CRSS at the micro- and macroscale.

4.5.4 The role of mobile dislocation generated during the γ - α' transformation

Some authors have proposed that a large quantity of mobile dislocations would favor the yielding at low stress (Jo et al., 2017; Nakashima et al., 2007; Takenouchi et al., 2022). Although, a significant density of dislocation is produced during the phase transformation, those dislocations should still be influenced by the microstructural features such as grain boundaries (interfaces). However, it was demonstrated that the development of the microplasticity does not depend on the lath or block size of a Fe-18Ni-0.001C steel (Takaki et al., 2012) during tensile solicitation. This observation is in contradiction with the Hall-Petch relation, $\sigma^* = \sigma_0 + Kd^{-1/2}$, where K represents a material parameters and d the grain diameter. As an example, for the same material, $\sigma_0 = \text{cst.}$, a microstructure featuring smaller grain diameter by a factor 10, should increase the yield stress by a factor $\sqrt{10} \approx 3$.

Thus, to overcome such a fundamental phenomenon, there must be an internal force that eases the yielding of the quenched lath microstructure and increase as the grain diameter decrease. Such an internal force could potentially be the type-II residual stresses introduced during the phase transformation. Indeed, during sequential lath transformation, thinner/smaller laths are the last to transform in a *colder* and less compliant austenite, surrounded by highly dislocated martensite. This environment produces thin laths in which the dislocation density and KAM were higher (Morsdorf et al., 2015). Thus, from a qualitative perspective, it is plausible that thin laths contain more internal stresses than coarser one. This qualitative observation could explain the inhibited Hall-Petch mechanism observed by Takaki et al.

4.5.5 The role of residual stresses inherited from the martensitic transformation

In this subsection, a simplified calculation is proposed to highlight the influence of type-II residual stresses on the yield point of the macrotension specimen. The Taylor factors, M , measured on iron bcc by pencil glide were used to estimated the CRSS. They are, $M = 3.06$ for $\{110\}$ activated slip planes and $M = 2.754$ on average for the contribution of $\{110\}$, $\{211\}$ and $\{123\}$ slip planes (Rosenberg & Piehler, 1971). Thus, based on the OPRA value of 151 MPa,

the CRSSs ($CRSS = OPRA/M$) interval for the air-quenched macro-tension specimen yielded $49 \text{ MPa} < CRSS < 55 \text{ MPa}$. Those values, compared to the literature, seem inadequately low. In fact, they are lower than the computed 265 MPa (CRSS) of the residual austenite used by Meresca et al. in a CPFEM study investigating lath martensite and residual austenite plastic behavior under tension (Maresca et al., 2014b).

However, Archie et al. recently measured the type-II residual stresses inherited from the martensitic transformation in an air-quenched medium carbon 0.27C-Fe steel. They measured the principal residual stresses to be $S_1 = 256 \text{ MPa}$, and $S_2 = -388 \text{ MPa}$ on a plane inclined to approximately 35° from the habit plane. Most of the sample was cut out of the V7 variant. The residual shear stress distribution on the habit plane (normal to the z' -axis) in function of φ_2 , plotted at Figure 4.12, was computed using coordinate transformation matrices and the calculation details are available in ANNEXE VI. The mechanical behaviour is assumed to be isotropic since the residual stresses were computed accordingly (Archie et al., 2018). In this case, φ_2 , represents the last rotation angle to compute the coordinate transformation using Euler angles. Both the *in-lath* slip directions and shape strain direction were added on the distribution to highlight the resulting magnitude of the residual shear stress. They are 150 MPa and 92 MPa for the $[1\bar{1}1]$ and $[\bar{1}\bar{1}1]$ directions, respectively.

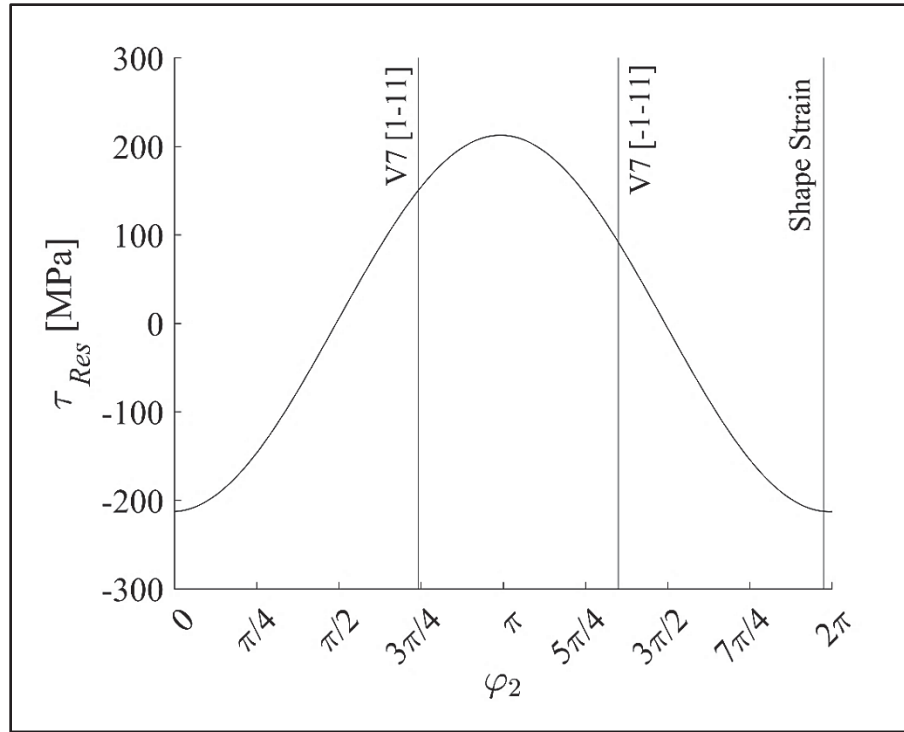


Figure 4.12 - Distribution of the residual shear stress on the habit plane in function of φ_2

Thus, by the principle of elastic superposition, the *in-lath* CRSS, τ_{crit} , of the macrotensile specimen can be estimated by the simple equation:

$$\tau_{crit} = \tau^* - \tau_{R,S} \quad (4.3)$$

where τ^* represents the measured CRSS and, $\tau_{R,S}$, the shear residual stress parallel to the habit plane in the $[1\bar{1}1]$ direction. The *in-lath* configuration activates slip systems that are parallel to the habit plane, thus τ_{crit} gives:

$$\tau_{crit} = 233 \text{ MPa} - 150 \text{ MPa} = 83 \text{ MPa} \quad (4.4)$$

Remarkably, this value is of the same order as the interval of CRSS computed in the air-quenched macrotension specimen, i.e., $49 < \text{CRSS} < 55 \text{ MPa}$. This observation reinforces the demonstration and views of Hutchinson et al. on the role of type-II residual stresses in the development of the plasticity in lath martensite. Surprisingly, if the maximum residual shear

stress is used instead, $\tau_{crit} = 23$ MPa. This value is close to the interval estimated from the bulk specimen but is prohibited by the crystallographic slip direction $\langle 111 \rangle$.

However, the authors would like to nuance this result with two main factors. Firstly, the annular section FIBed in Archie et al. study is not completely made of one single variant, and secondly, the carbon content of their steel is ten times higher than the carbon content of the steel studied in this work. The former could influence the level of residual stresses within the pillar and the latter, increase the tetragonality of the resulting BCC lattice, thus increasing the amount of residual stresses.

Nonetheless, the latter analysis is believed to be the most compelling evidence that type-II residual stresses are the main factor explaining the low yield stress and non-linear behavior during a macroscale tensile testing in lath martensite. The authors still believe that the other factors mentioned earlier can contribute to the non-linear behaviour of the quenched lath martensite at low stress, but their influence is less pronounced.

The authors of the present study also feel the need to highlight the recent work of Bandyopadhyay et al. where they integrated the type-3 residual stresses in a CPFEM framework (Bandyopadhyay et al., 2024). This new implementation could enhance the comprehension of intra-lath strain and dislocation gradient frequently quantified using the Grain Reference Orientation Deviation (GROD) or the Kernel Average Misorientation (KAM) metrics.

4.6 Conclusion

In this study, the mechanical properties of a low carbon martensitic stainless steel were measured at different scales and having received two distinct heat treatments. The scales were defined as macroscale, milliscale and microscale for specimen having a cross section of 68 mm², 4 mm² and $< 3 \times 10^{-3}$ mm², respectively. For each sample, the yield strength were measured by the OPRA method.

The objective of this study was to improve the comprehension regarding the early development of plasticity observed during the tensile solicitation of a macroscale specimen.

Our findings, supported by other studies on the subject, are presented as follow:

- The residual stresses inherited from the martensitic transformation is most probably the main factor that explains the early development of plastic deformation in the air-quenched lath martensite microstructure;
- The residual shear stress magnitude distribution on the habit plane was calculated from Archie et al. and yielded between 150 MPa and 92 MPa in both $[1\bar{1}1]$ and $[\bar{1}\bar{1}1]$ directions, respectively;
- As observed in several other studies, anisotropy exists regarding the mechanical properties of lath martensite. In this article, the anisotropy was measured by the influence of *in-lath* and *out-of-lath* configuration on the CRSS values with a ratio of 1.23;
- The macroscale and milliscale specimens showed similar OPRA values which suggest that their microstructures were statistically equivalent, both on the microstructural aspect (morphology and crystallography) and their type-II residual stresses content.

Future work will address the role of residual austenite on the tensile mechanical behaviour of the S41500 at different scales.

Acknowledgements

The authors would like to gratefully acknowledge the funding from CRSNG, Mitacs, CRITM, Finkel-Steel and Hydro-Québec for their financial support. We also thank Alexandre Lapointe, Marie-André Ayotte and Manon Provencher for their technical help, as well as Betty Huang and Mehdi Mosayebi for their technical support at CCEM. Nicolas Dumaresq is thanked for the validation of the chemical composition.

DISCUSSION DES RÉSULTATS

L'objectif du travail présenté dans cette thèse est de caractériser le comportement micromécanique de l'alliage UNS S41500 brut de trempe. Plus spécifiquement, la mesure des propriétés mécaniques d'un ensemble de lattes (bloc) de martensite dans le but d'alimenter une loi constitutive avec les paramètres matériaux intrinsèques à cette microstructure. Une étude a aussi été menée sur le comportement mécanique sous traction quasi-statique mettant en évidence l'influence des contraintes résiduelles de type-II sur le comportement mécanique macroscopique.

La majorité des résultats des articles ne seront pas systématiquement revus dans cette sous-section. En revanche, un résumé court de chaque article sera présenté et certains aspects importants concernant la modélisation par MPCEF seront abordés.

Discussion - Chapitre 3

Discussion générale des résultats de l'article #1

L'objectif était d'extraire la contrainte de cisaillement critique résolue (CCCR) et la contrainte de cisaillement résolue à la saturation (CCRS) des systèmes de glissement élémentaires, afin d'alimenter une loi constitutive en MPCEF avec des données précises. Les échantillons ont été préparés à partir d'un état trempé homogène. Après une caractérisation microstructurale par microscope électronique à transmission et par EBSD, des éprouvettes de microtraction ont été usinées par faisceau d'ions focalisé au gallium (Ga-FIB) dans des blocs martensitiques à orientation connue. Les essais ont été réalisés in situ sous chargement quasi statique, avec mesure de la déformation par corrélation d'images numériques. Les résultats montrent que la plasticité se développe principalement sur les systèmes de glissement associés aux plans $\{110\}$ et $\{211\}$. Du glissement croisé fut aussi observé sur les plans $\{123\}$. La CCCR moyenne mesurée est de 291 MPa (écart-type : 16 MPa), et la CCRS atteint 364 MPa avec le même

écart-type. Ces valeurs, obtenues avec une faible dispersion, confirment la robustesse de la méthodologie et sont cohérentes avec les données de la littérature. L'étude met également en évidence l'influence des frontières de blocs et des phénomènes de cross-slip sur l'écrouissage du matériau. Ces résultats démontrent que les essais de microtraction, combinés à une préparation soignée des échantillons, permettent d'obtenir des paramètres fiables pour la modélisation micromécanique des aciers martensitiques.

Discussion sur la mesure du module d'élasticité en microtraction

De façon plus spécifique, en observant les données recueillies lors des essais dans une plage restreinte à 1% de déformation, voir Figure-5.1, il est évident que le calcul du module d'élasticité produirait une variabilité appréciable, ce qui renforce le constat que les constantes d'élasticité du fer pur devraient être utilisées pour modéliser le comportement mécanique de la martensite. D'ailleurs, puisque le comportement mécanique de la martensite est anisotrope, la mesure des 3 composantes uniques nécessiterait au minimum 3 éprouvettes. Cet effort expérimental est assurément réalisable cependant, les coefficients de rigidité du fer pur représentent déjà bien le comportement élastique dans la martensite (Briffod, Hu, et al., 2023; Briffod, Shiraiwa, et al., 2023; Vermeij et al., 2023). En effet, la portion élastique des simulations MPCEF est souvent superposée aux essais expérimentaux.

Toutefois, il se pourrait que les éléments d'alliage (13Cr-4Ni) influencent les coefficients de rigidités du fer pur. Une simulation par dynamique moléculaire pourrait probablement donner un aperçu de leur influence, et justifier ou non, leur mesure expérimentale par essais de microtraction instrumenté.

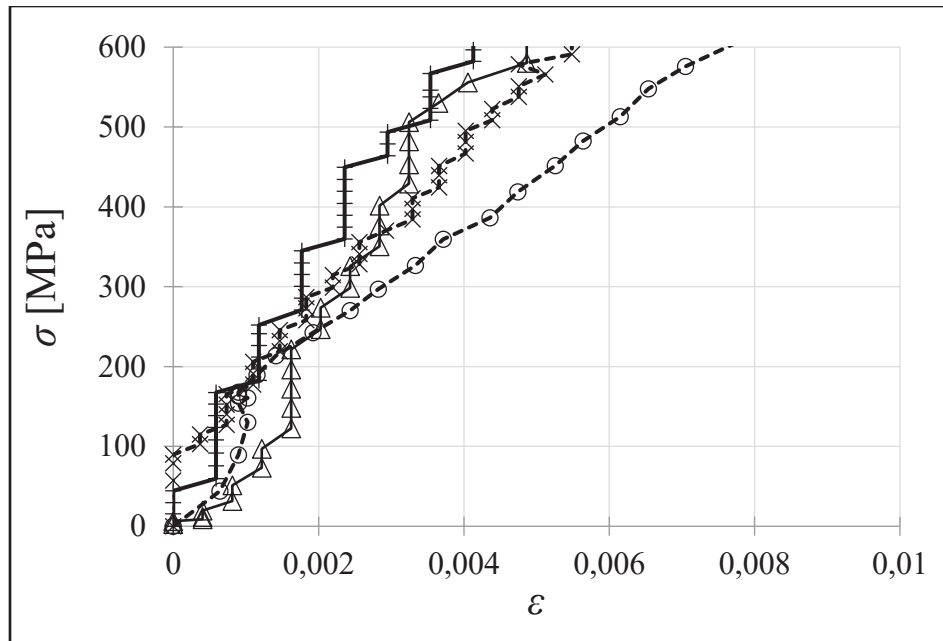


Figure-5.1 - Vue rapprochée du comportement mécanique dans la partie présumée élastique des microéprouvettes testées dans le Chapitre 3

Discussion d'un potentiel effet non-Schmid dans la martensite brute de trempe

Une analyse des CCCR calculées à partir des éprouvettes a aussi démontré, comme la littérature le propose, que l'orientation de chargement influence le développement de la plasticité dans les structures BCC. En effet, ils étaient en moyenne de 277 MPa pour les systèmes des plans $\{110\}$ contre 304 MPa pour les systèmes des plans $\{211\}$, respectivement. Dans les deux cas, les éprouvettes étaient en configuration *out-of-lath* puisque la direction longue des blocs, et donc des lattes de martensite, avait été privilégiée pour permettre l'usinage des microéprouvettes. Ainsi, en plus d'être influencée par cette configuration d'orientation, il pourrait exister un mécanisme de type non-Schmid dans la martensite. Ce mécanisme a d'ailleurs été observé dans le fer et des lois constitutives en MPCEF ont été proposées pour le modéliser (Patra et al., 2014; Yalcinkaya et al., 2008). Une campagne d'essais micromécaniques serait nécessaire pour déterminer si ce mécanisme est bel et bien présent dans la martensite. La campagne comporterait différentes éprouvettes de microtraction comprenant des blocs de martensite dont l'orientation par rapport à la direction de traction

diffère. Un effet de non-Schmid serait visible si la CCCR, pour l'ensemble des systèmes de glissement, variait en fonction de l'orientation de chargement. Il serait donc possible de conclure que la composante de cisaillement résolue sur le système de glissement n'est pas la seule variable dépendante dans le développement de la plasticité. Cet effet devrait naturellement être découplé de l'influence des configurations de glissement *In-Habit-Plane* et *Out-of-Habit-Plane*.

Discussion - Chapitre 4

Discussion générale des résultats de l'article #2

Le second article a permis d'explorer le comportement non linéaire de l'acier inoxydable martensitique à faible teneur en carbone (UNS S41500) lors d'essais de traction quasi statiques, en mettant l'accent sur l'influence des contraintes résiduelles de type II issues de la transformation martensitique. Pour ce faire, des éprouvettes ont été testées à trois échelles (macro, milli et microscopique) afin d'évaluer l'effet de la relaxation des contraintes résiduelles sur le seuil de plasticité. Une nuance métallurgique trempée et une nuance métallurgique revenue (500 °C, 2 h) ont été comparées. Les essais ont été réalisés par incréments de charge suivis de périodes de relaxation, permettant d'identifier le seuil d'écoulement par la méthode *Onset of Plasticity Relaxation*. Les résultats montrent que la microstructure trempée présente un comportement de l'écoulement plastique progressif à faible contrainte (≈ 150 MPa à l'échelle macroscopique), tandis que la version revenue affiche une transition élastoplastique plus franche (≈ 512 MPa). À l'échelle microscopique, les CCCR mesurées sur la nuance brute de trempe sont nettement plus élevées (233 MPa en configuration *in-lath*, 286 MPa en *out-of-lath*), confirmant l'anisotropie des mécanismes de glissement et un ratio $CCCR_{out}/CCCR_{in} \approx 1.23$. L'analyse comparative suggère que la relaxation des contraintes résiduelles à l'échelle de la microstructure, par une réduction du volume de l'échantillon ou un revenu à haute température, réduit fortement la non-linéarité initiale. Un calcul simplifié, basé sur la superposition élastique, montre que les contraintes résiduelles de cisaillement (≈ 150 MPa) pourraient expliquer la faible contrainte apparente de début de plasticité à l'échelle macroscopique. Ces résultats renforcent l'hypothèse selon laquelle les contraintes résiduelles

héritées de la transformation martensitique sont le facteur principal du comportement non linéaire observé.

La réduction du volume testé entraîne nécessairement une diminution du nombre de lattes sollicitées. Dans une microstructure où les propriétés mécaniques sont hétérogènes, la sollicitation de plusieurs petits volumes pourrait engendrer une distribution de CCCR où la différence entre les extrêmes serait caractérisée par le degré d'hétérogénéité des propriétés mécaniques de la microstructure. En revanche, les valeurs de CCCR et CCS de l'article #1 et #2 mesurées en configuration *out-of-lath* n'ont pas montré d'écart significatif entre elles. Ainsi, la taille des volumes testés dans cette étude semble être suffisante pour ne pas influencer la mesure des propriétés micromécanique d'un groupe de lattes. La réduction du volume entraîne aussi la réduction de l'influence des joints de grain sur le comportement mécanique. Ainsi, la limite d'élasticité d'un bloc devrait être plus faible que celle mesurée dans une éprouvette macroscopique. En revanche, l'inverse a plutôt été observé. Ainsi, bien que la réduction du volume soit susceptible de modifier le comportement du matériau, les données mesurées dans cette étude proposent plutôt qu'elle se restreint à la réduction du contenu en contraintes résiduelles de type-II.

En ce qui concerne le revenu à 500°C (2 h), trois phénomènes importants peuvent être soulevés. Le premier est le développement de l'austénite reformée qui, tel qu'observé à la Figure 2.6, diminue considérablement la limite d'élasticité et l'UTS. En contrepartie, des essais dilatométriques à la même température et temps de maintien n'ont pas montré de formation significative d'austénite reformée (Hosseini et al., 2024). Le second est la ségrégation du carbone de la maille sous la forme de carbure dans la matrice. Cette ségrégation est connue pour diminuer la concentration de carbone dans la matrice et abaisse du même coup sa dureté. Cette diminution de la dureté n'a pas été mesurée entre les nuances brute de trempe et revenu. En effet, la dureté est demeurée stable à 32.3 HRC contre 31.3 dans les nuances revenue et brute de trempe, respectivement. Le troisième point concerne la relaxation des contraintes résiduelles de type-II dans la microstructure. Cette relaxation a d'ailleurs été mesurée par diffraction des rayons X dans la littérature (Hutchinson et al., 2019) et est généralement

reconnue comme un bon moyen de *relaxer* la microstructure après une trempe. Dès lors, puisque les deux premiers phénomènes ne semblent pas avoir modifié de manière significative la microstructure de l'alliage, le dernier, la relaxation des contraintes résiduelles, semble être le phénomène prédominant, malgré qu'il n'ait pas été mesuré directement dans cette étude.

Discussion de l'influence de l'austénite reformée sur le comportement mécanique

Les données générées à partir des courbes de traction ont permis de mettre en évidence l'effet du revenu sur les propriétés mécaniques de la martensite en lattes. L'influence du revenu à 500 °C a été discutée de manière étendue dans le Chapitre 4 et ne sera pas reprise ici. En ce qui concerne le rôle de l'austénite reformée, son influence sur les propriétés mécaniques en tension monotone est évidente. Dans la nuance microstructurale revenue à 620°C 2h, sa présence réduit la limite d'élasticité, diminue la limite ultime et augmente la ductilité de l'alliage, tel qu'observé à la Figure 2.6.

C'est d'ailleurs la nuance microstructurale qui est privilégiée lors de la conception des roues d'eau entre autres, pour sa très grande ténacité ($K_{Ic} = 316 \text{ MPa m}^{0.5}$) (Chen, 2013). À la suite du traitement thermique de revenu (595 °C $\pm$ 10 °C pendant 8 heures), le taux d'austénite réformée dans l'assemblage devrait se trouver entre 15 et 18%. L'influence de cette nouvelle phase ne se limite pas qu'à la modification des propriétés mécaniques en sollicitation quasi statique, mais modifie singulièrement le comportement sous chargement cyclique. Des résultats prometteurs produits dans un acier 13Cr-6Ni ont montré que le seuil de propagation des fissures est nettement augmenté en présence d'un taux d'austénite avoisinant 55% à des rapports de charge cyclique de $R = 0.1$ et $R = 0.7$ (Bab Nabi, 2025). À première vue, il semblerait que l'austénite reformée se transformerait sous chargement cyclique (effet TRIP) (Thibault et al., 2011) et favoriserait la fermeture de fissure induite par la plasticité. Cette hypothèse est justifiée par la présence accrue de fermeture sur les courbes P - v enregistrées lors de l'essai. Ainsi, pour être en mesure de modéliser adéquatement le comportement mécanique des aciers 13Cr-4Ni et 13Cr-6Ni lors de sollicitations cycliques en exploitation, il est recommandé d'étudier d'abord le comportement micromécanique quasi statique en présence

d'austénite puis de caractériser son comportement micromécanique sous chargement dynamique.

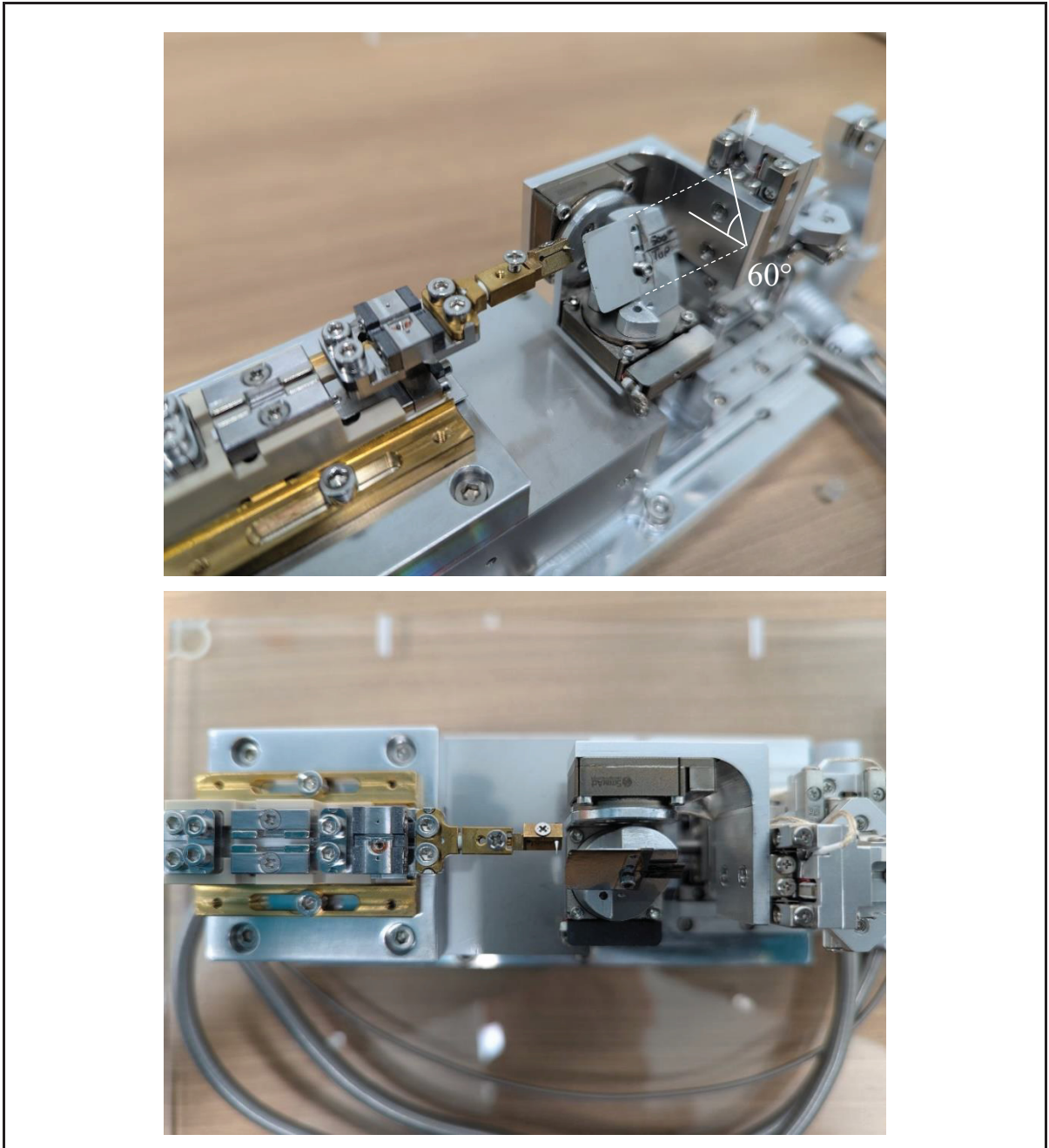


Figure-5.2 - Vues du banc d'essai de microtraction sous différents angles. Vue iso (1^{re}) et vue de haut (2^e). Le lecteur est invité à consulter la Figure 4.4b) et c) qui détaillent l'ensemble du banc. Le schéma en blanc met en évidence l'angle de 60° du *wedge* permettant de faciliter la caractérisation par EBSD

Il est donc recommandé, dans le cas du comportement quasi statique, de solliciter une microéprouvette de traction contenant une teneur en austénite reformée d'au moins 15% en observation directe par EBSD. La sollicitation serait appliquée par palier et des caractérisations successives par EBSD, pendant les périodes de maintien, permettraient d'apprécier à quel instant l'austénite se transforme en martensite par l'observation des phases en présence (BCC vs. FCC). La Figure-5.2, montre différentes vues du banc d'essai où l'éprouvette est préalablement inclinée à 60° pour faciliter l'acquisition des électrons rétrodiffusés. L'équivalent pourrait se faire en transmission avec le même banc d'essai micrométrique disponible à l'IREQ, mais la configuration avec le microscope Helios 5 PFIB Dual-Beam doit être modifiée. En effet, l'acquisition des données n'a pas été possible, faute de signal sur le détecteur EBSD.

Discussion sur la déformation plastique localisée aux interfaces

L'essai de microtraction effectué sur le site 2 a permis d'observer la déformation plastique à l'interface de deux lattes. En revanche, la résolution n'était pas suffisante pour juger de l'emplacement précis de l'initiation de la déformation plastique. Autrement dit, il n'est pas possible de constater si le glissement a eu lieu à l'interface ou très près de celle-ci. Ce constat a aussi été observé dans une étude sur le sujet (Morsdorf et al., 2016). D'autres travaux plus récents ont montré que cette déformation a lieu parfois à l'interface ou près des interfaces (Du et al., 2016b; Kwak et al., 2016; Ueki & Morito, 2025), sans précisions supplémentaires sur le sujet. À l'heure actuelle, aucune observation n'a permis de déterminer précisément où s'initie la déformation et à partir de quel(s) mécanisme(s) sous-jacent(s). Pour répondre à cette interrogation, deux scénarios sont envisageables.

Le premier scénario consisterait à observer un essai de traction sur une lame mince, transparente aux électrons, à l'aide d'un microscope électronique à balayage à transmission (MEBT). En effet, l'utilisation d'un MEBT permettrait de cibler une interface et d'observer le développement de la plasticité et le mouvement des dislocations aux interfaces, et ce, sous

déformation. Une géométrie d'éprouvette permettant une observation au MEBT sous déformation est proposée et présentée à la Figure-5.3. Cette configuration n'a d'ailleurs jamais été proposée dans la littérature et comprend environ 12 étapes de fabrications. Tout récemment, des auteurs ont proposé une configuration différente, mais dont l'objectif est similaire (Vermeij et al., 2025).

L'identification du site d'initiation de la déformation serait un atout majeur sur la compréhension du mécanisme et permettrait de juger de l'importance du rôle de l'austénite résiduelle. Dans le cas où la plasticité se développe d'emblée dans les films d'austénite résiduelle, il serait possible que la déformation plastique soit favorisée par leur présence. En contrepartie, vu la taille nanométrique des films d'austénite cette observation n'a pas été faite directement pendant un essai de traction instrumenté. Des études ont plutôt démontré une diminution du taux d'austénite reformée à la suite d'un chargement monotone (Haiko et al., 2020; Voothaluru et al., 2018) ou cyclique (Thibault et al., 2011).

En revanche, le calcul de la contrainte résiduelle de cisaillement sur le plan parent a montré que l'interface peut être le lieu d'une précontrainte favorisant la déformation plastique. Cette démonstration montre qu'il n'est pas impossible que la plasticité se développe préférentiellement aux interfaces puisqu'elles sont précontraintes et que de fines lamelles d'austénite s'y trouvent. Conséquemment, en réduisant le contenu en contraintes résiduelles de type-II, tout en gardant la même quantité d'austénite, une comparaison entre la déformation observée sur une éprouvette brute de trempe et revenue à 500 °C permettrait de quantifier l'occurrence de la déformation localisée aux interfaces. Cette expérimentation serait réalisable sur des éprouvettes de millitension sollicitées dans un MEB.

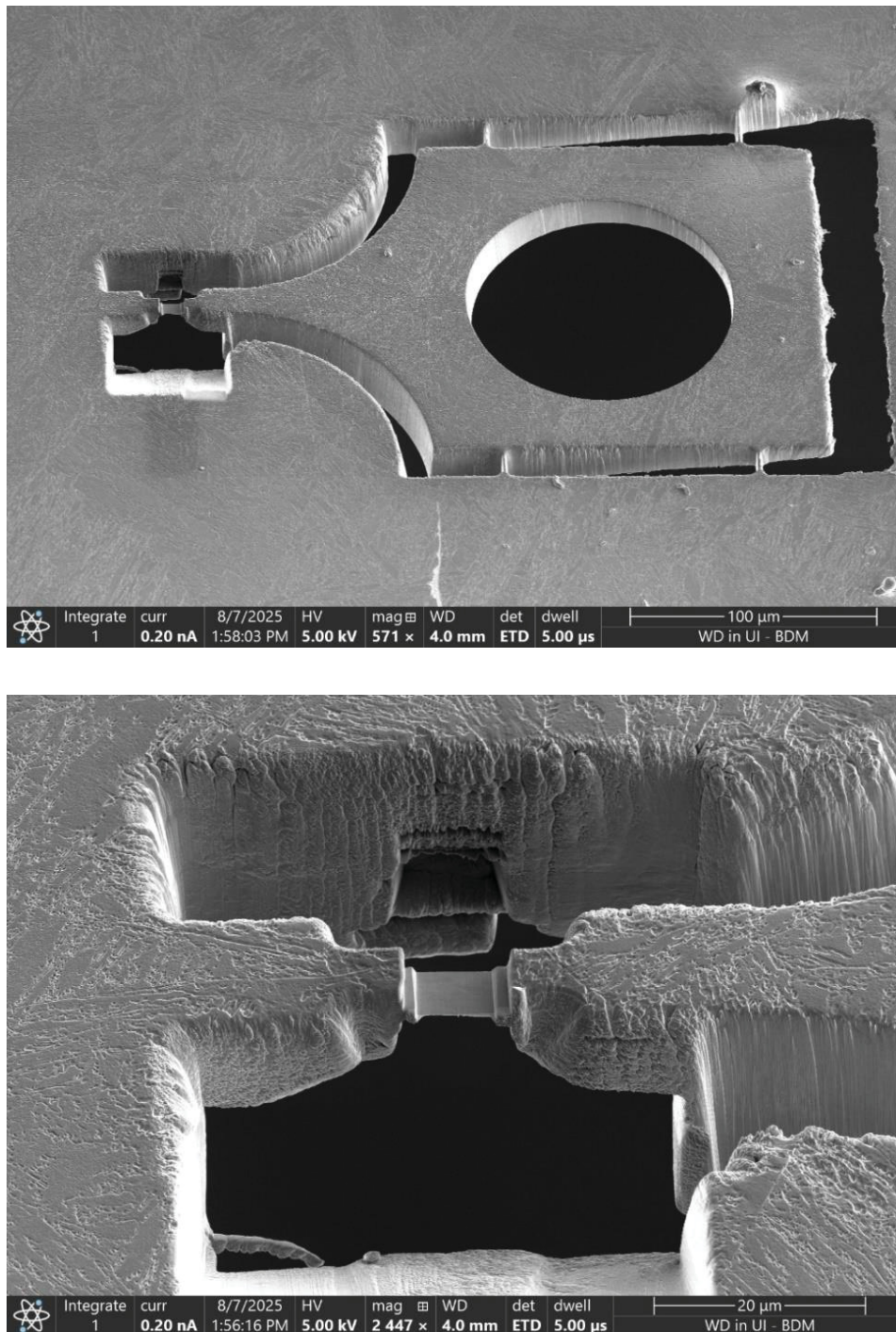


Figure-5.3 - Présentation d'une microéprouvette avec comme région d'intérêt, une lame mince transparente aux électrons permettant une observation en MEBT pendant une sollicitation mécanique

Discussion du rôle des interfaces sur les propriétés mécaniques

Comme proposé par Morsdorf et al., la déformation localisée et parallèle aux interfaces contribue à la déformation de la martensite en lattes. Paradoxalement, lorsque la plasticité se développe de manière à traverser les interfaces, ces dernières entravent le mouvement des dislocations et entraînent une augmentation des propriétés mécaniques. C'est d'ailleurs ce que proposent les données présentées au Tableau-5.1 où la CCCR est supérieure de 61% entre la configuration *in-lath* et le Site 4 qui contenait un joint de bloc. D'ailleurs, la valeur mesurée sur l'éprouvette A2-Site 1 est similaire à celles calculées par la MPCEF pour les éléments aux interfaces (Briffod, Shiraiwa, et al., 2023) et disponibles au Tableau 1.2 sous la colonne τ_0^{in} . En ce qui concerne la CCRS, l'augmentation est significative avec une valeur d'au plus 89%.

Tableau-5.1 - Sommaire des résultats des essais de microtraction effectués dans le cadre des deux objectifs spécifiques. Nomenclature (Article #1 ou #2, Site X)

Essais	Cisaillement critique résolu [MPa]	Cisaillement à la saturation [MPa]	Configuration d'orientation
A1-Site 1	276	381	<i>Out-of-lath</i>
A1-Site 2	302	360	<i>Out-of-lath</i>
A1-Site 3	278	350	<i>Out-of-lath</i>
A1-Site 4 ⁷	375	525	<i>Out-of-lath</i>
A1-Site 5	306	<i>Non mesurée</i>	<i>Out-of-lath</i>
A2-Site 1	233	277 ⁸	<i>In-lath</i>
A2-Site 2 ⁹	286	364	<i>Out-of-lath</i>

Cette augmentation n'est toutefois pas aussi marquée entre les Sites 1 et 2 du second article. Il est possible que cette différence soit causée par la configuration de l'éprouvette A1-Site4 où

⁷ Cette éprouvette contenait un joint de bloc

⁸ La contrainte la plus élevée calculée à la fin de l'essai qui s'est terminé peu avant l'UTS

⁹ Cette éprouvette contenait un joint de bloc

le mouvement des dislocations est restreint par la présence d'un joint de bloc. En comparaison, l'essai A2-Site 2 présente une configuration différente, où certaines dislocations peuvent facilement déboucher en surface. Pour enrichir la discussion, les deux sites et les intersections de leur système de glissement actif avec la surface des échantillons sont présentés à la Figure-5.4. Les lignes tiretées blanches de l'essai A2-Site 2 mettent en évidence les plans de glissement actifs et leur proximité avec la surface de l'échantillon. Les lignes tiretées noires représentent la position des joints de blocs dans les microéchantillons.

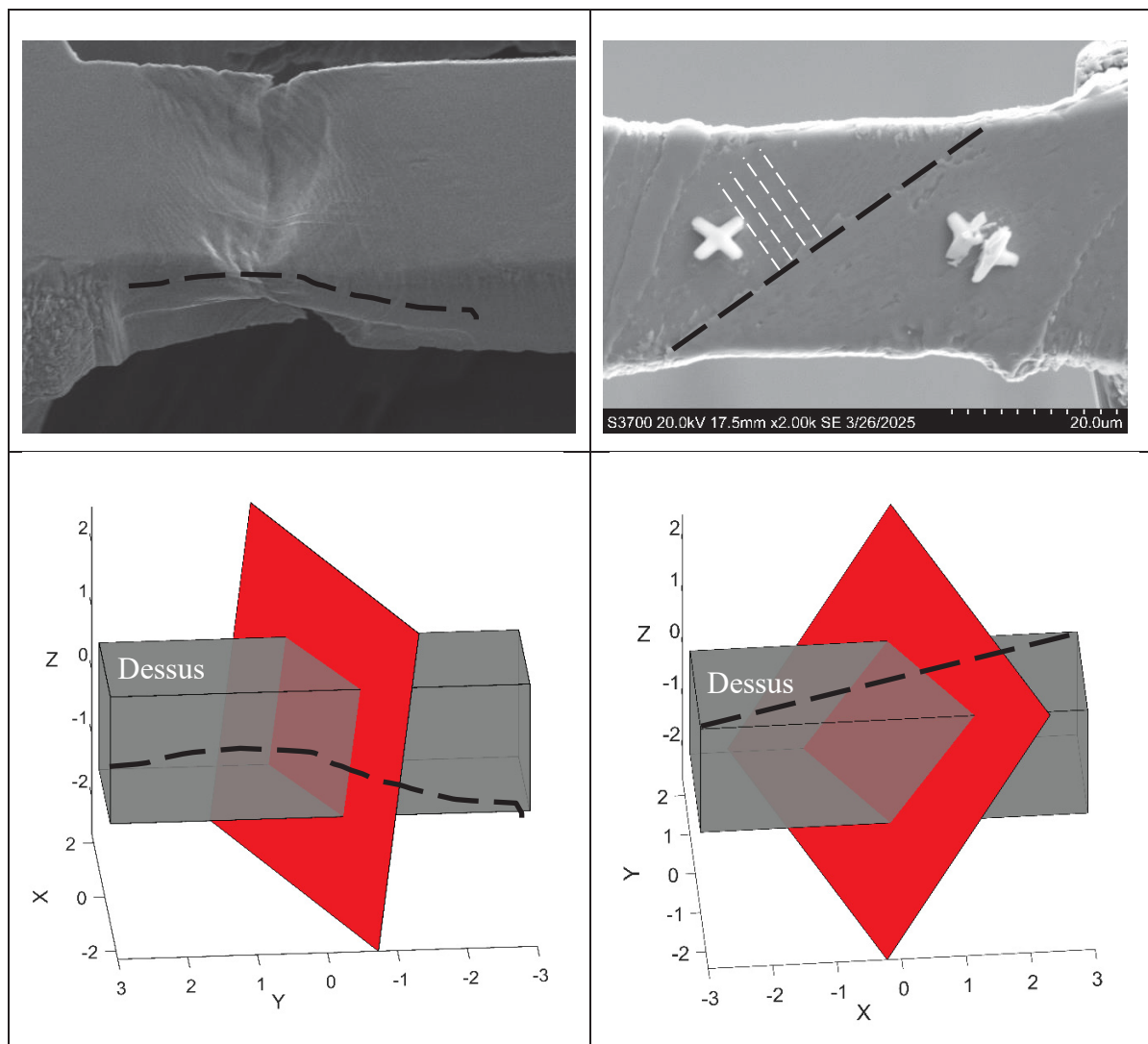


Figure-5.4 – Comparaison des observations par MEB des sites A1-Site 4 et A2-Site 2 et des intersections de leur système de glissement actif avec la surface de l'échantillon. Les axes des figures du bas ont été adimensionnalisés

La comparaison montre bien que la plasticité de l'éprouvette A2-Site 2 n'est pas confinée en deux joints de blocs, ce qui aurait probablement permis à l'éprouvette de générer un durcissement structural plus important. En revanche, cette hypothèse reste une supposition et sa validation demanderait une simulation par MPCEF.

Cette observation justifie de manière évidente la nécessité de continuer les travaux de caractérisation et de modélisation de la déformation plastique dans les aciers UNS S41500 et CA6NM utilisés chez Hydro-Québec. D'ailleurs, en collaboration avec Dr Pritam Chakraborty de l'Institut de technologie de Kanpur, un article a été publié dans le journal *Mechanics of Materials* dans lequel l'interaction des dislocations aux interfaces de matériaux polycristallins est détaillée. Dans cette étude, la perméabilité de l'interface au passage des dislocations dépend à la fois de la désorientation des deux grains et de leurs tailles (Tiwari et al., 2025). Conséquemment, avec cette nouvelle loi constitutive, les interactions entre les différentes sous-structures de la martensite séparées par des interfaces pourront être modélisées, ce qui permettra d'enrichir les simulations MPCEF effectuées sur le CA6NM.

Discussion sur les implications de l'usage des nuances métallurgiques étudiées

Le manque de ductilité apparente de la nuance brute de trempe range cette dernière dans la catégorie *à éviter*. Manifestement, un acier dont la ductilité est restreinte, bien qu'il se déforme de manière précoce à basse charge, pourrait engendrer des bris d'équipements en exploitation extraordinaire. Le cas d'une directrice coincée par le passage d'un billot de bois dans la bêche spirale est reconnu comme étant un scénario produisant des contraintes très élevées pouvant mener à la plastification des arbres de directrices. Dans ce cas, il est important d'avoir une réserve de ductilité importante pour réduire le risque de rupture brutale. Ce puits de ductilité est nettement amélioré en présence de l'austénite reformée produite par un revenu au-delà de AC1.

Comme il a été démontré, l'acier revenu à 620 °C pendant deux heures répond bien à ce critère. C'est d'ailleurs la raison pour laquelle il est utilisé lors de la fabrication des roues d'eau chez

Hydro-Québec. Pour rappel, sa ténacité est exceptionnelle, avec une valeur de $316 \text{ MPa} \cdot \text{m}^{0.5}$ ce qui lui confère une excellente résistance à la rupture et une faible tendance à la propagation des fissures. En revanche, cet acier, comme la nuance brute de trempe, se déforme facilement à basse charge. Donc, pour les pièces dont le dimensionnement structural sous contrainte est sévère, il est possible qu'en cas de chargement extraordinaire, ces dernières ne respectent plus le dimensionnement souhaité. Conséquemment, un acier possédant une limite d'élasticité proportionnelle élevée et une ductilité suffisante serait probablement un meilleur choix qu'un acier revenu avec une teneur élevée en austénite. D'ailleurs la nuance revenue à 500°C pendant deux heures pourrait potentiellement remplir cette tâche. Il serait tout de même nécessaire de valider certaines de ses propriétés telles que ténacité, température de transition ductile-fragile et seuil de propagation en fatigue avant de le proposer comme remplaçant.

Par contre, utiliser un acier revenu contenant une quantité d'austénite réformée de l'ordre de 15%, favorisant le développement de la microplasticité à basse charge, pourrait être un atout vis-à-vis des contraintes résiduelles introduites lors de l'assemblage mécanosoudé. Différentes mesures prises au cours des dernières années ont montré que leurs niveaux varient entre 100 et 150 MPa à l'état revenu (Thibault et al., 2010), un niveau similaire au seuil de la microplasticité mesuré à l'état revenu 620°C pendant 2 heures. Conséquemment, dès les premiers démarrages, il serait possible qu'une relaxation des contraintes résiduelles de tension ait lieu par microdéformations plastiques. Ce scénario serait tout à fait bénéfique pour la pérennité des roues d'eau, mais une validation par éléments finis est requise pour quantifier cette relaxation.

CONCLUSION

Le projet présenté dans cette thèse avait comme objectif de caractériser le comportement micromécanique de l'alliage UNS S41500 brut de trempe dans le but de recueillir les propriétés mécaniques nécessaires à la modélisation de l'acier CA6NM par la MPCEF. L'acier UNS S41500 a été sélectionné pour sa faible population de défauts de coulée, d'inclusions et l'absence de ferrite delta qu'on retrouve dans l'acier utilisé pour fabriquer les roues d'eau opérées par Hydro-Québec. En revanche, la modélisation du CA6NM nécessitera la connaissance des éléments précédemment détaillés (défaut coulés, inclusions, etc...) pour parvenir à modéliser adéquatement le comportement mécanique de l'alliage.

Pour atteindre cet objectif de recherche, deux objectifs spécifiques ont été proposés. Le premier étant l'extraction des propriétés mécaniques d'un ensemble de lattes de martensite (un bloc) par essais de microtraction, et le second, l'étude du comportement non linéaire observé à basse charge lors d'une sollicitation quasi statique en tension sur la nuance brute de trempe.

Le premier objectif fut réalisé par la mise en œuvre d'essai de traction sur des éprouvettes micrométriques dans lesquelles les régions d'intérêts contenaient un ensemble de lattes (bloc). Les blocs ont été choisis pour l'homogénéité de leur orientation cristallographique, permettant d'extraire la CCCR statistiquement représentative de plusieurs lattes. Les courbes de traction de chaque éprouvette ont été analysées pour en extraire la contrainte de cisaillement critique résolu et la contrainte de cisaillement à la saturation, deux paramètres essentiels à la calibration d'une loi constitutive phénoménologique. Le reste des paramètres, le taux d'écrouissage initial, h_0 , et les exposants représentant des paramètres matériaux, m et r , seront calculés, à partir des courbes de traction de ce document dans la suite des travaux. Une éprouvette contenant un bloc de martensite a été sollicitée mettant en évidence le rôle important des interfaces sur le comportement mécanique de la martensite en lattes. Cet essai sera utilisé pour calibrer une loi constitutive dans laquelle les interfaces sont modélisées.

Le second objectif fut accompli par la mise en œuvre d'un protocole d'essai multiéchelles permettant d'isoler l'influence de différents mécanismes sur le développement précoce d'une microplasticité dans la martensite brute de trempe sollicitée en traction quasi-statique. Cet objectif était justifié par : 1) la présence d'une non-linéarité à la fois en présence et en absence d'austénite reformée, et 2) par la difficulté à modéliser ce phénomène par la MPCEF. Pour accroître les chances d'identifier le phénomène parmi ceux proposés dans la littérature, la nuance brute de trempe, sans austénite reformée, a été choisie. La comparaison des résultats expérimentaux inter-échelles et sur une éprouvette macroscopique revenue à 500 °C suggère fortement que les contraintes résiduelles de type-II sont la source de cette non-linéarité. De plus, la contrainte de cisaillement résiduelle résolue sur le plan parent a permis de rationaliser la différence de la CCCR en configuration *in-lath* avec l'estimation de la CCCR de l'éprouvette microscopique.

Les principales contributions scientifiques de cette étude sont :

- La mise en œuvre d'un essai de microtraction dans une microstructure martensitique en latte ne contenant pas d'interface;
 - *Cette contribution permettra à la communauté d'utiliser les propriétés mécaniques d'un groupe de latte dans diverses simulations plutôt que d'utiliser des données extrapolées (Du et al., 2016a) ou les données provenant de méthodes inverses (Briffod, Shiraiwa, et al., 2023).*
- La mise en évidence de l'influence des contraintes résiduelles de type-II sur l'occurrence de la non-linéarité observée lors d'un essai de traction sous sollicitation quasi statique en tension à différentes échelles;
 - *Cette contribution permettra de solidifier et potentiellement, appuyer, l'hypothèse selon laquelle les contraintes résiduelles de type-II représentent le mécanisme prédominant dans le développement de la microplasticité observée il y a maintenant 70 ans dans la martensite brute de trempe (Muir, 1955).*

Les recommandations, élaborées dans la section discussions des résultats, sont disponibles à la prochaine section. Elles seront énoncées de façon succincte et serviront de base à la continuation des travaux de recherche en micromécanique à l'IREQ.

Limitations des travaux

Les travaux expérimentaux effectués dans cette étude ont été menés sur des microstructures martensitiques en lattes. Conséquemment, les résultats mesurés et calculés ne sont vraisemblablement pas applicables à la martensite en plaques retrouvée dans les aciers martensitiques à haute teneur en carbone, nickel ou azote (Krauss & Marder, 1971). En effet, le simple fait d'avoir une teneur en carbone largement supérieure à celle mesurée dans cette étude pourrait influencer le comportement micromécanique de la martensite. Naturellement, il en est de même pour les autres alliages dans lesquels une transformation martensitique peut survenir, tels que les alliages Ni-Ti, Cu-Al-Ti, Co-Cr, Ti-Nb et autres alliages spéciaux à base de zirconium ou d'uranium.

Les résultats de cette étude ne sont pas applicables à des cas d'études où le taux de déformation ou de chargement est très élevé. Bien que l'indépendance du taux de déformation ait été validée pour une plage restreinte dans cette étude, de récents travaux ont montré une dépendance pour les taux de chargement élevés. Les auteurs ont mesuré une augmentation de la limite d'élasticité de l'ingénieur de 10% entre les taux $6E-2$ et $4.7E-6$ (Barabi, 2023). Naturellement, il en est de même pour les applications à basses/hautes températures ou dans des environnements agressifs (corrosifs, irradiés, etc...)

Finalement, l'étude de l'influence des interfaces intervariants s'est limitée à quelques échantillons. Ces résultats limités ne constituent pas une base suffisante pour calibrer une loi constitutive qui demandera plusieurs autres essais.

RECOMMANDATIONS

À la suite des travaux présentés dans cette thèse, il est recommandé de continuer la caractérisation micromécanique sur le UNS S41500. Plus spécifiquement, les aspects suivants devraient être étudiés :

1. Réalisation d'autres essais en configuration *in-lath* dans le but de réduire l'incertitude reliée à une seule mesure;
2. Étude de l'emplacement du glissement plastique près des interfaces des sous-structures de martensite par essais de traction micrométrique en transmission;
3. Étude de l'influence de l'austénite résiduelle et reformée sur le comportement micromécanique par essais de traction micrométrique;
4. Étude de l'influence des interfaces (joints de blocs et de paquets) en configuration *out-of-lath slip* sur le comportement mécanique;
5. Mesure des contraintes résiduelles de type-II dans le UNS S41500 et le CA6NM;
6. Simulation d'un essai de traction par MPCEF à partir d'une microstructure caractérisée par sectionnement en série.

Dans la mesure où la faisabilité de caractériser les propriétés micromécaniques de la martensite en lattes a été démontrée dans ce document, il est recommandé de continuer les efforts de modélisation par MPCEF débutés dans le cadre du projet MoMA de l'IREQ. D'ailleurs, les travaux expérimentaux présentés dans cette thèse marquent un tournant important dans la simulation de l'endommagement des roues d'eau à Hydro-Québec. En effet, initialement, aucune caractérisation morphologique en 3D n'avait été effectuée sur le UNS S41500 et les propriétés micromécaniques étaient encore inconnues. À la suite de travaux de caractérisation microstructurale effectués dans un alliage 13Cr-4Ni (Mosayebi, Deschênes, et al., 2025; Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tøn-Thât, & Bassim, 2025; Mosayebi, Paquet, Deschênes, Tøn-Thât, Huang, et al., 2025) et les travaux de caractérisation micromécanique de cette thèse, il est désormais possible d'entamer l'ambitieux projet de modélisation de l'endommagement par fatigue des aciers de turbine par MPCEF. À terme, il est espéré que ces travaux de modélisation

permettront d'attribuer une valeur d'endommagement à chaque régime d'opération et d'ainsi, estimer avec une plus grande précision, la durée de vie résiduelle des roues d'eau et de mieux planifier leur maintenance. Cet objectif s'inscrit dans la philosophie de l'ICME (*Integrated Computational Materials Engineering*) dont Hydro-Québec travaille actuellement l'implantation à l'IREQ (Paquet, 2024).

ANNEXE I

CARACTÉRISTIQUES CRISTALLOGRAPHIQUES DES VARIANTS PROPOSÉS PAR LA THÉORIE K-S

Tableau-A I-1 - Description des variants de martensite proposés par la relation d'orientation
de K-S

Tiré de Morito, Tanaka, et al. (2003)

Variant	Plane parallel	Direction parallel			Rotation from Variant 1			
No.		[	γ	γ/Γ	α'	]	Axis (indexed by martensite)	Angle [deg.]
V1		[	-1 0 1	γ/Γ	-1 -1 1	]	—	—
V2		[	-1 0 1	γ/Γ	-1 1 -1	]	[0.5774-0.57740.5774]	60.00
V3	(111) γ	[	0 1 -1	γ/Γ	-1 -1 1	]	[0.0000-0.7071-0.7071]	60.00
V4	//(011) α'	[	0 1 -1	γ/Γ	-1 1 -1	]	[0.00000.70710.7071]	10.53
V5		[	1 -1 0	γ/Γ	-1 -1 1	]	[0.00000.70710.7071]	60.00
V6		[	1 -1 0	γ/Γ	-1 1 -1	]	[0.0000-0.7071-0.7071]	49.47
V7		[	1 0 -1	γ/Γ	-1 -1 1	]	[-0.5774-0.57740.5774]	49.47
V8		[	1 0 -1	γ/Γ	-1 1 -1	]	[0.5774-0.57740.5774]	10.53
V9	(1-11) γ	[	-1 -1 0	γ/Γ	-1 -1 1	]	[-0.18620.76660.6145]	50.51
V10	//(011) α'	[	-1 -1 0	γ/Γ	-1 1 -1	]	[-0.4904-0.46250.7387]	50.51
V11		[	0 1 1	γ/Γ	-1 -1 1	]	[0.3543-0.9329-0.0650]	14.88
V12		[	0 1 1	γ/Γ	-1 1 -1	]	[0.3568-0.71360.6029]	57.21
V13		[	0 -1 1	γ/Γ	-1 -1 1	]	[0.93290.35430.0650]	14.88
V14		[	0 -1 1	γ/Γ	-1 1 -1	]	[-0.73870.4625-0.4904]	50.51
V15	(-111) γ	[	-1 0 -1	γ/Γ	-1 -1 1	]	[-0.2461-0.6278-0.7384]	57.21
V16	//(011) α'	[	-1 0 -1	γ/Γ	-1 1 -1	]	[0.65890.65890.3628]	20.61
V17		[	1 1 0	γ/Γ	-1 -1 1	]	[-0.65890.3628-0.6589]	51.73
V18		[	1 1 0	γ/Γ	-1 1 -1	]	[-0.3022-0.6255-0.7193]	47.11
V19		[	-1 1 0	γ/Γ	-1 -1 1	]	[-0.61450.1862-0.7666]	50.51
V20		[	-1 1 0	γ/Γ	-1 1 -1	]	[-0.3568-0.6029-0.7136]	57.21
V21	(11-1) γ	[	0 -1 -1	γ/Γ	-1 -1 1	]	[0.95510.0000-0.2962]	20.61
V22	//(011) α'	[	0 -1 -1	γ/Γ	-1 1 -1	]	[-0.71930.3022-0.6255]	47.11
V23		[	1 0 1	γ/Γ	-1 -1 1	]	[-0.7384-0.24610.6278]	57.21
V24		[	1 0 1	γ/Γ	-1 1 -1	]	[0.91210.41000.0000]	21.06

DESSIN ET DIMENSIONS DU WEDGE



ANNEXE III

PROCÉDURE DE POLISSAGE MÉCANIQUE POUR UNE CARACTÉRISATION EBSD

Tableau-A III-1 Procédure de polissage – Courtoisie Marie-Andrée Ayotte

Étape	Support	Suspension	Lubrifiant	Vitesse	Force	Temps	Sens
Placer l'échantillon sur la table de polissage en tenant compte de l'orientation de la pointe. Lorsque la section mince commence à friser, s'assurer que le sens de polissage est respecté pour ne pas arracher l'échantillon de la bakélite. Coller à l'aide d'un ruban lors des étapes de polissage.							
1	SiC	600	Eau	150/150	20	Jusqu'à une surface plane	
2	SiC	1200	Eau	150/150	20	Selon visuel : faire disparaître les lignes de l'étape précédente	
3	Nettoyage au bain ultrasonique 1 min dans l'alcool éthylique. Nettoyer le porte-échantillon.						
4	Dur	9µm	Bleu	150/150	15	3m 30s	
	Utiliser les 30 dernières secondes pour nettoyer en cours de rotation : 15 secondes eau, 15 secondes éthanol						
5	Nettoyage au bain ultrasonique 1 min dans l'alcool éthylique. Nettoyer le porte-échantillon.						
6	Mol	3µm	Bleu	150/150	15	3m 30s	
	Utiliser les 30 dernières secondes pour nettoyer en cours de rotation : 15 secondes eau, 15 secondes éthanol						
7	Nettoyage au bain ultrasonique 1 min dans l'alcool éthylique. Nettoyer le porte-échantillon.						
8	Nap	1µm	Bleu	150/150	15	3m 30s	
	Utiliser les 30 dernières secondes pour nettoyer en cours de rotation : 15 secondes eau, 15 secondes éthanol						
9	Nettoyage au bain ultrasonique 1 min dans l'alcool éthylique. Nettoyer le porte-échantillon.						
10	CHEM	0.05µm Silice colloïdale Imbiber le tapis au départ. Consommation approx : 5mL	Eau Laisser tomber goutte à goutte sur le tapis en cours de polissage	150/150	15	2m	
Ne jamais laisser sécher l'échantillon avec la solution de silice colloïdale. Nettoyer à l'eau, puis alcool avant de sécher. La surface de l'échantillon devrait être très légèrement voilée à l'œil. Si l'échantillon prend une teinte brune, il faut reprendre à l'étape 8.							
Nettoyage au bain ultrasonique 1 min dans l'alcool éthylique. Vérifier au microscope optique l'état de surface et reprendre l'étape 10 s'il n'y a pas une légère apparence de grains en mode illumination directe.							

ANNEXE IV

RÉSULTATS DES MESURES DE DURETÉ HRC POUR LES NUANCES BRUTE DE TREMPÉ, REVENUE 500 °C (2H) ET REVENUE 620 °C (2H)

Tableau-A IV-1 – Résultats et statistiques des essais de dureté HRC

#	Calibration	500 °C 2 h	620 °C 2 h	1050 °C 1 h
1	32.4	32.1	25.3	31
2	32.4	32.8	25.5	30.8
3	32.6	32.3	25.9	31.8
4	n.d	32.5	25.4	31.6
5	n.d	32	25.6	31.2
$\bar{x}$	32.4	32.3	25.5	31.3
σ	X	0.32	0.23	0.42

ANNEXE V

MONTAGE POUR POLISSAGE ÉLECTROLYTIQUE

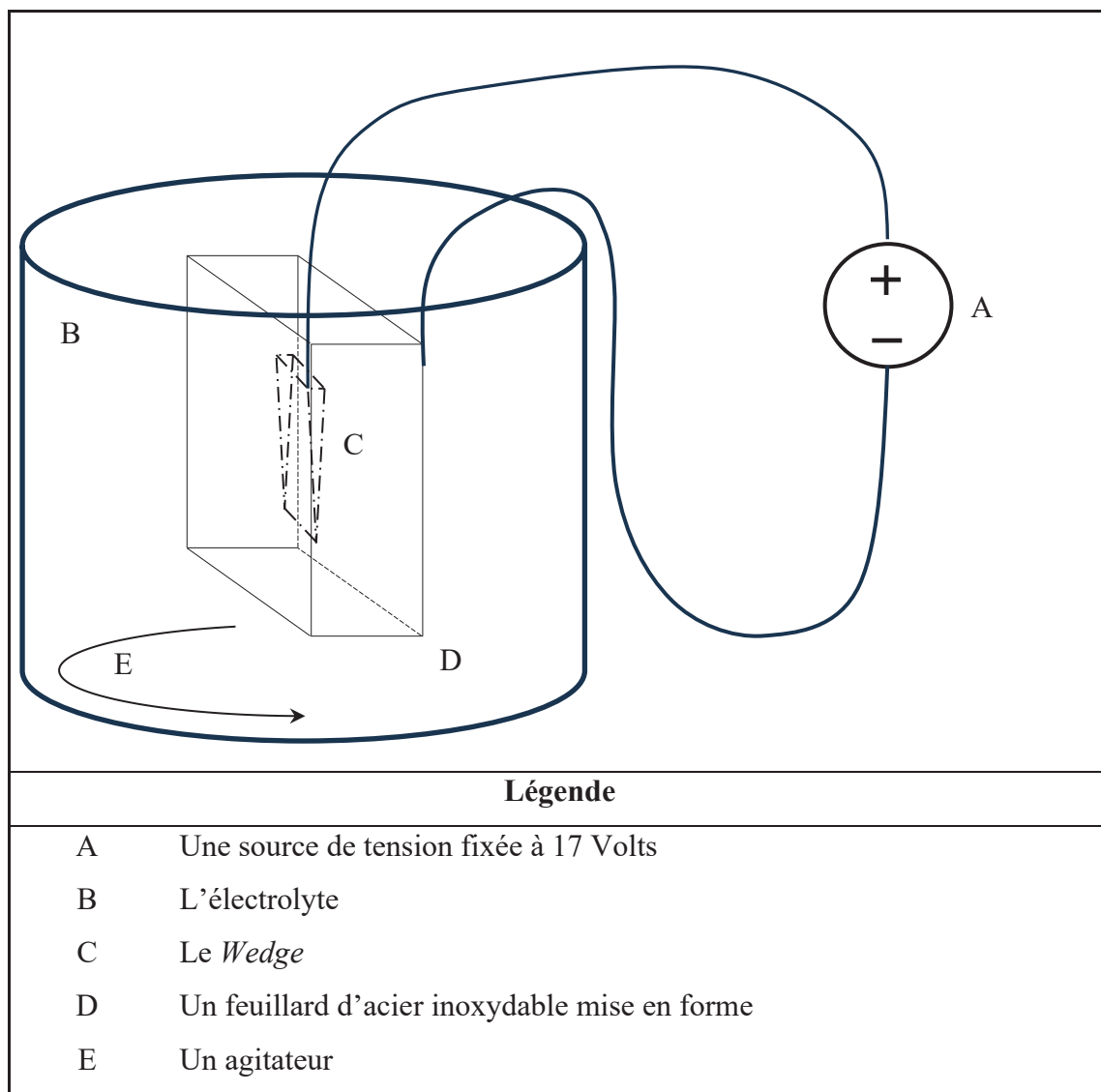


Figure-A V-1 Schématisation du montage de polissage électrolytique

L'électrolyte est composé de :

- 10% vol. d'**acide perchlorique** à 60% (HClO_4)
- 10% vol. de **2-Butoxyéthanol** ($\text{C}_6\text{H}_{14}\text{O}_2$)
- 80% vol. d'**acide acétique** (CH_3COOH)

ANNEXE VI

COORDINATES TRANSFORMATION OF THE MEASURED RESIDUAL STRESS TENSOR FROM ARCHIE ET AL. WORK

Based on the previous work of Archie et al., the Euler angles (rad) of a reference frame aligned with the habit plane is estimated to be $[1.00, 0.73, \varphi 2]$ using the Bunge convention $[\varphi 1, \theta, \varphi 2]$. In that reference frame, the $X'Y'$ plane is the habit plane and the X' direction represents the $\mathbf{e}_x(\varphi 2)$ unit vector direction. The variable $\varphi 2$ was intentionally kept free to plot the distribution of shear stress in the habit plane, see Figure-A VI-1.

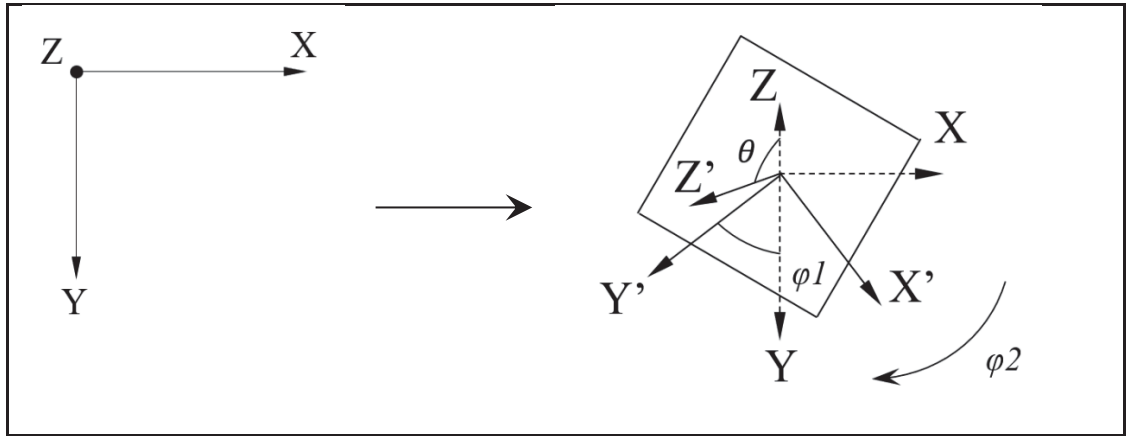


Figure-A VI-1 - Schematic representation of the coordinate transformation of the stress tensor

It is noteworthy to recall that the Bunge convention produces inversed, or transposed, rotation matrices $\mathbf{R}_{\varphi 1}$, $\mathbf{R}_{\theta}$, $\mathbf{R}_{\varphi 2}$. That is, the convention rotates the reference frame, not objects (vectors) in the frame. Thus, the final matrix is equivalent to a coordinate transformation matrix $\mathbf{Q}$ and was calculated using the standard triple product from the initial frame $\mathbf{I}$:

$$\mathbf{Q}_{Euler} = \mathbf{R}_{\varphi 2} \mathbf{R}_{\theta} \mathbf{R}_{\varphi 1} \mathbf{I} \quad (\text{A VI } 1)$$

Finally, the resulting stress vector on the habit plane was calculated like:

$$\boldsymbol{\tau}^*(\varphi_2) = (\mathbf{Q}_{Euler} \boldsymbol{\sigma}' \mathbf{Q}_{Euler}^T) \mathbf{e}_{Z'} \quad (\text{A VI } 3)$$

with shear stress in the $\mathbf{e}_{X'}(\varphi_2)$ direction being:

$$\tau_{I3}^*(\varphi_2) = -212.6 \cos \varphi_2 + 5.6 \sin \varphi_2 \quad (\text{A VI } 4)$$

The shape and invariant directions $[\bar{1}\bar{1}1]$ were extracted from the stereographic projection and were estimated to be $\varphi_2 = 6.20$ and $\varphi_2 = 4.24$, respectively. The other *in-slip* configuration direction $[1\bar{1}1]$ was added to the plot since there are two *in-slip* configurations on the same $\{110\}$ plane.

ANNEXE VII

PUBLICATIONS PERTINENTES À LA MODÉLISATION DE LA MARTENSITE EN LATTE PENDANT LA THÈSE

P.-A. Deschênes, R. Wheeler, D. Paquet, J. Lanteigne, A.M. Serventi, L. Tôm-Thât, H. Champlaud, Micromechanical properties of low-carbon martensitic stainless steel by microtensile experiments, *Materials Science and Engineering: A*, Volume 858, 2022, 144030, ISSN 0921-5093, <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144030>;

Mehdi Mosayebi, Hui Yuan, Betty Huang, Daniel Paquet, **Pierre-Antony Deschênes**, Nabil Bassim, Large Volume 3D Electron Backscatter Diffraction Characterization of Lath Martensite in 13%Cr-4%Ni Stainless Steel by Xe Plasma FIB, *Microscopy and Microanalysis*, Volume 28, Issue S1, 1 August 2022, Pages 300- 305, <https://doi.org/10.1017/S1431927622001994>;

Mehdi Mosayebi, Daniel Paquet, **Pierre-Antony Deschênes**, Laurent Tôm-Thât, Betty Huang, Nabil Bassim, On the correlation between the habit plane and 3D morphology of lath martensite: A direct 3D observation using serial sectioning tomography of a low-carbon stainless steel, *Scripta Materialia*, Volume 255, 2025, 116367, ISSN 1359-6462, <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2024.116367>;

Mehdi Mosayebi, **Pierre-Antony Deschênes**, Daniel Paquet, Laurent Tôm-Thât, Nabil Bassim, Three-dimensional analysis of local and dominant habit planes in a lath martensitic stainless steel, *Materialia*, Volume 42, 2025, 102494, ISSN 2589-1529, <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2025.102494>;

Devesh Tiwari, Ayub Khan, **Pierre-Antony Deschênes**, Daniel Paquet, Pritam Chakraborty, A grain boundary region model to capture grain size and misorientation effects on elasto-plastic response of polycrystals, *Mechanics of Materials*, Volume 213, 2026, 105541, ISSN 0167-6636, <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2025.105541>;

Deschênes, P.-A., Paquet, D., Baillargeon, C., Tôm-Thât, L., Lantaigne, J., Champiaud, H. Multiscale characterization of gradual yielding in lath martensitic stainless steel: Evidence of micro residual stress influence, Soumis au journal *Acta Materialia* le 7 novembre 2025.

LISTE DE RÉFÉRENCES BIBLIOGRAPHIQUES

- Allain, S., Bouaziz, O., & Takahashi, M. (2012). Toward a New Interpretation of the Mechanical Behaviour of As-quenched Low Alloyed Martensitic Steels. *ISIJ International*, 52(4), 717-722. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.717>
- Archie, F., Mughal, M. Z., Sebastiani, M., Bemporad, E., & Zaefferer, S. (2018). Anisotropic distribution of the micro residual stresses in lath martensite revealed by FIB ring-core milling technique. *Acta Materialia*, 150, 327-338. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.03.030>
- Archie, F., & Zaefferer, S. (2018). On variant selection at the prior austenite grain boundaries in lath martensite and relevant micro-mechanical implications. *Materials Science and Engineering: A*, 731, 539-550. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2018.06.090>
- Arsenlis, A. (2004). On the evolution of crystallographic dislocation density in non-homogeneously deforming crystals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 52(6), 1213-1246. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2003.12.007>
- Arsenlis, A., & Parks, D. M. (2002). Modeling the evolution of crystallographic dislocation density in crystal plasticity. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 50(9), 1979-2009. [https://doi.org/10.1016/s0022-5096\(01\)00134-x](https://doi.org/10.1016/s0022-5096(01)00134-x)
- Ashmawi, W. M., & Zikry, M. A. (2000). Effects of grain boundaries and dislocation density evolution on large strain deformation modes in fcc crystalline materials. *Journal of Computer-Aided Materials Design*, 7(1), 55-62. <https://doi.org/10.1023/a:1008717428264>
- ASTM. (2012a). Standard specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications A240/A240M-16. In: Conshohocken, PA: ASTM International.
- ASTM. (2012b). Standard Specification for Chromium and Chromium-Nickel Stainless Steel Plate, Sheet, and Strip for Pressure Vessels and for General Applications A240/A240M-16. In: ASTM International.
- ASTM. (2022). Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials E8-16a In: ASTM International.
- Bab Nabi, R. (2025). *Finite Element Modelling and Experimental Study of Fatigue Crack Growth in Francis Turbine Runners Considering the Influence of Nickel-Enrichment in the 13Cr-6Ni Filler Metal*, École de technologie supérieure.

- Bachmann, F., Hielscher, R., & Schaeben, H. (2010). Texture Analysis with MTEX – Free and Open Source Software Toolbox. *Solid State Phenomena*, 160, 63-68. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/SSP.160.63>
- Badinier, G., Sinclair, C. W., Sauvage, X., Wang, X., Bylik, V., Gouné, M., & Danoix, F. (2015). Microstructural heterogeneity and its relationship to the strength of martensite. *Materials Science and Engineering: A*, 638, 329-339. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2015.04.088>
- Balasubramanian, S. (1998). *Polycrystalline Plasticity: Application to Deformation Processing of Lightweight Metals*, Massachusetts Institute of Technology.
- Bandyopadhyay, R., Stopka, K. S., & Sangid, M. D. (2024). Initializing intragranular residual stresses within statistically equivalent microstructures for crystal plasticity simulations. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 184. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2023.105529>
- Barabi, A., Deschênes, P.-A., Thibault, D., Brochu M. (2023). *Effect of strain rate and reformed austenite on mechanical properties of AISI 415 stainless steel*, 15th International Conference on Fracture, Atlanta.
- Berez, T., Jenei, P., Csóré, A., Lábár, J., Gubicza, J., & Szabó, P. J. (2016). Determination of dislocation density by electron backscatter diffraction and X-ray line profile analysis in ferrous lath martensite. *Materials Characterization*, 113, 117-124. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2015.11.014>
- Bhadeshia, H. K. D. H. (2002). Martensite in steels. In Cambridge University.
- Bhadeshia, H. K. D. H. (2017). *Geometry of Crystals, Polycrystals, and Phase Transformations*. CRC Press. <https://doi.org/10.1201/9781315114910>
- Bowles, J. S., & Mackenzie, J. K. (1954a). The crystallography of martensite transformations I. *Acta Metallurgica*, 2(1), 129-137. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(54\)90102-9](https://doi.org/10.1016/0001-6160(54)90102-9)
- Bowles, J. S., & Mackenzie, J. K. (1954b). The crystallography of martensite transformations III. Face-centred cubic to body-centred tetragonal transformations. *Acta Metallurgica*, 2(2), 224-234. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(54\)90163-7](https://doi.org/10.1016/0001-6160(54)90163-7)
- Briffod, F., Hu, H., Shiraiwa, T., & Enoki, M. (2023). Effect of in-lath slip strength on the strain partitioning in a dual-phase steel investigated by high-resolution digital image correlation and crystal plasticity simulations. *Materials Science and Engineering: A*, 862. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144413>
- Briffod, F., Shiraiwa, T., & Enoki, M. (2018). Modeling and Crystal Plasticity Simulations of Lath Martensitic Steel under Fatigue Loading. *Materials Transactions*, 60(2), 199-206. <https://doi.org/10.2320/matertrans.ME201713>

- Briffod, F., Shiraiwa, T., Yamazaki, K., & Enoki, M. (2023). Integrated experimental–numerical investigation of strain partitioning and damage initiation in a low-carbon lath martensitic steel. *Materials Science and Engineering: A*, 876. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2023.145148>
- Britton, T. B., Jiang, J., Guo, Y., Vilalta-Clemente, A., Wallis, D., Hansen, L. N., Winkelmann, A., & Wilkinson, A. J. (2016). Tutorial: Crystal orientations and EBSD — Or which way is up? *Materials Characterization*, 117, 113-126. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2016.04.008>
- Bronkhorst, C. A., Kalidindi, S.R., Anand L. (1997). Polycrystalline plasticity and the evolution of crystallographic texture in FCC metals. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Physical and Engineering Sciences*, 341(1662), 443-477. <https://doi.org/10.1098/rsta.1992.0111>
- Callister, W. D., Rethwisch, D.G. (2018). *Materials Science and Engineering: An Introduction*. Wiley (10th ed.).
- Chen, J., Verreman, Y., Foroozmehr, F., Lanteigne, J., (2013). *Fracture toughness of 13Cr4NiMo high-strength steels used in hydraulic turbine runners*, Materials Science and Technology, Montréal, Canada.
- Chen, X., Ogasawara, N., Zhao, M., & Chiba, N. (2007). On the uniqueness of measuring elastoplastic properties from indentation: The indistinguishable mystical materials. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 55(8), 1618-1660. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2007.01.010>
- Christian, J. W. (1983). Some surprising features of the plastic deformation of body-centered cubic metals and alloys. *Metallurgical Transactions A*, 14(7), 1237-1256. <https://doi.org/10.1007/bf02664806>
- Cook, R. D., Malkus, D.S, Plesha, M.E, Witt, R.J. (2001). *Concepts and applications of finite elements analysis*. Wiley (4th ed.).
- Dai, H. (1997). *Geometrically-Necessary Dislocation Density In Continuum Plasticity Theory, FEM Implementation and Applications*, MIT.
- Dehm, G., Jaya, B. N., Raghavan, R., & Kirchlechner, C. (2018). Overview on micro- and nanomechanical testing: New insights in interface plasticity and fracture at small length scales. *Acta Materialia*, 142, 248-282. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2017.06.019>
- Deschênes, P. A., Wheeler, R., Paquet, D., Lanteigne, J., Serventi, A. M., T  n-Th  t, L., & Champlaud, H. (2022). Micromechanical properties of low-carbon martensitic stainless steel by microtensile experiments. *Materials Science and Engineering: A*, 858. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144030>

- Du, C. (2016). *Micro-plasticity characterization of martensite, ferrite, and dual-phase steel*. Technische Universiteit Eindhoven.
- Du, C., Hoefnagels, J. P. M., Vaes, R., & Geers, M. G. D. (2016a). Block and sub-block boundary strengthening in lath martensite. *Scripta Materialia*, 116, 117-121. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.01.043>
- Du, C., Hoefnagels, J. P. M., Vaes, R., & Geers, M. G. D. (2016b). Plasticity of lath martensite by sliding of substructure boundaries. *Scripta Materialia*, 120, 37-40. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.04.006>
- Engineering, C. o. I. C. M. (2008). *Integrated Computational Materials Engineering: A Transformational Discipline for Improved Competitiveness and National Security*. (9780309178211). Washington, D.C.: The National Academies Press
- Evans, A. G., & Hutchinson, J. W. (2009). A critical assessment of theories of strain gradient plasticity. *Acta Materialia*, 57(5), 1675-1688. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.12.012>
- Evers, L. P., Brekelmans, W. A. M., & Geers, M. G. D. (2004). Scale dependent crystal plasticity framework with dislocation density and grain boundary effects. *International Journal of Solids and Structures*, 41(18-19), 5209-5230. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2004.04.021>
- Fleck, N. A., Ashby, M. F., & Hutchinson, J. W. (2003). The role of geometrically necessary dislocations in giving material strengthening. *Scripta Materialia*, 48(2), 179-183. [https://doi.org/10.1016/s1359-6462\(02\)00338-x](https://doi.org/10.1016/s1359-6462(02)00338-x)
- Fleck, N. A., Muller, G. M., Ashby, M. F., & Hutchinson, J. W. (1994). Strain gradient plasticity: Theory and experiment. *Acta Metallurgica et Materialia*, 42(2), 475-487. [https://doi.org/10.1016/0956-7151\(94\)90502-9](https://doi.org/10.1016/0956-7151(94)90502-9)
- Franciosi, P. (1983). Glide mechanisms in b.c.c. crystals: An investigation of the case of α -iron through multislip and latent hardening tests. *Acta Metallurgica*, 31(9), 1331-1342. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(83\)90004-4](https://doi.org/10.1016/0001-6160(83)90004-4)
- Frank, F. C., & Read, W. T. (1950). Multiplication Processes for Slow Moving Dislocations. *Physical Review*, 79(4), 722-723. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.79.722>
- Galindo-Nava, E. I., & Rivera-Díaz-del-Castillo, P. E. J. (2015). A model for the microstructure behaviour and strength evolution in lath martensite. *Acta Materialia*, 98, 81-93. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.07.018>
- Ghassemi-Armaki, H., Chen, P., Bhat, S., Sadagopan, S., Kumar, S., & Bower, A. (2013). Microscale-calibrated modeling of the deformation response of low-carbon martensite. *Acta Materialia*, 61(10), 3640-3652. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2013.02.051>

- Gilman, J. J. (1960). Direct Measurements of the Surface Energies of Crystals. *Journal of Applied Physics*, 31(12), 2208-2218. <https://doi.org/10.1063/1.1735524>
- Godin, S, T. D. (2011). *Validation du système iXRD de Proto pour la quantification de l'austénite résiduelle*. IREQ-2011-0002, Varennes.
- Gourgues, A.-F., Flower, H. M., & Lindley, T. C. (2013). Electron backscattering diffraction study of acicular ferrite, bainite, and martensite steel microstructures. *Materials Science and Technology*, 16(1), 26-40. <https://doi.org/10.1179/026708300773002636>
- Gurtin, M. E., Fried, E., & Anand, L. (2012). *The Mechanics and Thermodynamics of Continua*. Cambridge University Press, <https://doi.org/10.1017/cbo9780511762956>
- Greer, J. R., Oliver, W. C., & Nix, W. D. (2005). Size dependence of mechanical properties of gold at the micron scale in the absence of strain gradients. *Acta Materialia*, 53(6), 1821-1830. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.12.031>
- Groma, I., Csikor, F. F., & Zaiser, M. (2003). Spatial correlations and higher-order gradient terms in a continuum description of dislocation dynamics. *Acta Materialia*, 51(5), 1271-1281. [https://doi.org/10.1016/s1359-6454\(02\)00517-7](https://doi.org/10.1016/s1359-6454(02)00517-7)
- Haiko, O., Kaikkonen, P., Somani, M., Valtonen, K., & Kömi, J. (2020). Characteristics of carbide-free medium-carbon bainitic steels in high-stress abrasive wear conditions. *Wear*, 456-457. <https://doi.org/10.1016/j.wear.2020.203386>
- Harjo, S., Kawasaki, T., Gong, W., & Aizawa, K. (2016). Dislocation Characteristics in Lath Martensitic Steel by Neutron Diffraction. *Journal of Physics: Conference Series*, 746. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/746/1/012046>
- Harjo, S., Tsuchida, N., Abe, J., & Gong, W. (2017). Martensite phase stress and the strengthening mechanism in TRIP steel by neutron diffraction. *Sci Rep*, 7(1), 15149. <https://doi.org/10.1038/s41598-017-15252-5>
- Hassanipour, M., Verreman, Y., Lanteigne, J., & Chen, J. Q. (2016). Effect of periodic underloads on fatigue crack growth in three steels used in hydraulic turbine runners. *International Journal of Fatigue*, 85, 40-48. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2015.11.027>
- Hatem, T. M., & Zikry, M. A. (2009). Shear pipe effects and dynamic shear-strain localization in martensitic steels. *Acta Materialia*, 57(15), 4558-4567. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.06.028>
- Hosford, W. F., Fleischer, R. L., & Backofen, W. A. (1960). Tensile deformation of aluminum single crystals at low temperatures. *Acta Metallurgica*, 8(3), 187-199. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(60\)90127-9](https://doi.org/10.1016/0001-6160(60)90127-9)

- Hosseini, M. M., Lantaigne, J., Baillargeon, C., Jahazi, M., Champliand, H. Development of a flow rule based on a unified plasticity model for 13Cr-4Ni low-carbon martensitic stainless steel subject to post-weld heat treatment. *Metals*, 14(7), 834. <https://doi.org/10.3390/met14070834>
- Huang, B. (2023). *An Innovative Fabrication Route to Machining Micro-Tensile Specimens Using Plasma-Focused Ion Beam and Femtosecond Laser Ablation and Investigation of the Size Effect Phenomenon Through Mechanical Testing of Fabricated Single Crystal Copper Micro-Tensile Specimens* McMaster University. McMaster, Ontario. <http://hdl.handle.net/11375/29112>
- Humphreys, F. J., Hatherly, M. (2004). *Recrystallization and Related Annealing Phenomena* (Elsevier, 3rd ed.). <https://doi.org/10.1016/b978-0-08-044164-1.X5000-2>
- Hutchinson, B., Bate, P., Lindell, D., Malik, A., Barnett, M., & Lynch, P. (2018). Plastic yielding in lath martensites – An alternative viewpoint. *Acta Materialia*, 152, 239-247. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2018.04.039>
- Hutchinson, B., & Brask, J. (2019). An Investigation of Short Range Residual Stress Fields in Ferrous Lath Martensite. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 50(12), 5581-5584. <https://doi.org/10.1007/s11661-019-05501-9>
- Hutchinson, B., Hagström, J., Karlsson, O., Lindell, D., Tornberg, M., Lindberg, F., & Thuvander, M. (2011). Microstructures and hardness of as-quenched martensites (0.1–0.5%C). *Acta Materialia*, 59(14), 5845-5858. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2011.05.061>
- Hutchinson, B., Lindell, D., & Barnett, M. (2015). Yielding Behaviour of Martensite in Steel. *ISIJ International*, 55(5), 1114-1122. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.55.1114>
- Hydro-Québec. (2025). *Production d'électricité, Nos installations*. <https://www.hydroquebec.com/production/>
- Jo, K.-R., Seo, E.-J., Hand Sulistiyo, D., Kim, J.-K., Kim, S.-W., & De Cooman, B. C. (2017). On the plasticity mechanisms of lath martensitic steel. *Materials Science and Engineering: A*, 704, 252-261. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.08.024>
- Kalidindi, S. R., & Anand, L. (1994). Macroscopic shape change and evolution of crystallographic texture in pre-textured FCC metals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 42(3), 459-490. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(94\)90027-2](https://doi.org/10.1016/0022-5096(94)90027-2)
- Kalidindi, S. R., Bronkhorst, C. A., & Anand, L. (1992). Crystallographic texture evolution in bulk deformation processing of FCC metals. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 40(3), 537-569. [https://doi.org/10.1016/0022-5096\(92\)80003-9](https://doi.org/10.1016/0022-5096(92)80003-9)

- Kitahara, H., Ueji, R., Tsuji, N., & Minamino, Y. (2006). Crystallographic features of lath martensite in low-carbon steel. *Acta Materialia*, 54(5), 1279-1288. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.11.001>
- Kocks, U. F. (1959). *Polyslip in single crystals of face-centered cubic metals* Harvard University. Cambridge, MA.
- Kodam, A., Gundi, M. S., Chiu, Y. L., Jones, I. P., Singh, S. S., & Jain, J. (2023). A review of challenges and opportunities in micropillar compression studies in Mg alloys. *Journal of Magnesium and Alloys*, 11(11), 4043-4053. <https://doi.org/10.1016/j.jma.2023.09.022>
- Krauss, G. (1999). Martensite in steel: strength and structure. *Materials Science and Engineering: A*, 273-275, 40-57. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(99\)00288-9](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(99)00288-9)
- Krauss, G. (2001). Deformation and fracture in martensitic carbon steels tempered at low temperatures. *Metallurgical and Materials Transactions A*, 32(4), 861-877. <https://doi.org/10.1007/s11661-001-0344-y>
- Krauss, G., & Marder, A. R. (1971). The morphology of martensite in iron alloys. *Metallurgical Transactions*, 2(9), 2343-2357. <https://doi.org/10.1007/bf02814873>
- Kwak, K., Mayama, T., Mine, Y., & Takashima, K. (2016). Anisotropy of strength and plasticity in lath martensite steel. *Materials Science and Engineering: A*, 674, 104-116. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2016.07.047>
- Kwak, K., Mine, Y., Morito, S., Ohmura, T., & Takashima, K. (2022). Correlation between strength and hardness for substructures of lath martensite in low- and medium-carbon steels. *Materials Science and Engineering: A*, 856. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2022.144007>
- Levesque, J. B., Baillargeon, C., Paquet, D., Lanteigne, J., & Champlaud, H. (2023). Characterizing and Modeling Transformation-Induced Plasticity in 13Cr-4Ni Welds upon Cooling. *Materials*, 16(22). <https://doi.org/10.3390/ma16227166>
- Liu, J., Chen, C., Feng, Q., Fang, X., Wang, H., Liu, F., Lu, J., & Raabe, D. (2017). Dislocation activities at the martensite phase transformation interface in metastable austenitic stainless steel: An in-situ TEM study. *Materials Science and Engineering: A*, 703, 236-243. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.06.107>
- Liu, M., Lu, C., Tieu, K. A., Peng, C. T., & Kong, C. (2015). A combined experimental-numerical approach for determining mechanical properties of aluminum subjects to nanoindentation. *Sci Rep*, 5, 15072. <https://doi.org/10.1038/srep15072>
- Liu, Y., Ye, H., Yao, Y., & Zhang, L. (2018). Research on microstructure and properties of automobile body steel and its development trend. *IOP Conference Series: Materials Science and Engineering*, 382. <https://doi.org/10.1088/1757-899x/382/2/022045>

- Ma, A., & Roters, F. (2004). A constitutive model for fcc single crystals based on dislocation densities and its application to uniaxial compression of aluminium single crystals. *Acta Materialia*, 52(12), 3603-3612. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2004.04.012>
- Ma, A., Roters, F., & Raabe, D. (2006a). A dislocation density based constitutive model for crystal plasticity FEM including geometrically necessary dislocations. *Acta Materialia*, 54(8), 2169-2179. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.01.005>
- Ma, A., Roters, F., & Raabe, D. (2006b). On the consideration of interactions between dislocations and grain boundaries in crystal plasticity finite element modeling – Theory, experiments, and simulations. *Acta Materialia*, 54(8), 2181-2194. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.01.004>
- Macchi, J., Gaudez, S., Geandier, G., Teixeira, J., Denis, S., Bonnet, F., & Allain, S. Y. P. (2021). Dislocation densities in a low-carbon steel during martensite transformation determined by in situ high energy X-Ray diffraction. *Materials Science and Engineering: A*, 800. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2020.140249>
- Mackenzie, J. K., & Bowles, J. S. (1954). The crystallography of martensite transformations II. *Acta Metallurgica*, 2(1), 138-147. [https://doi.org/10.1016/0001-6160\(54\)90103-0](https://doi.org/10.1016/0001-6160(54)90103-0)
- Malik, S., Radwan, A. B., Al-Qahtani, N., Abdullah, A., Haddad, M. E., Case, R., Castaneda, H., Al-Thani, N., & Bhadra, J. (2024). Focused review on factors affecting martensitic stainless steels and super martensitic stainless steel passive film in the oil and gas field. *Journal of Solid State Electrochemistry*, 28(10), 3533-3557. <https://doi.org/10.1007/s10008-024-05984-6>
- Maresca, F., Kouznetsova, V. G., & Geers, M. G. D. (2014a). On the role of interlath retained austenite in the deformation of lath martensite. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 22(4). <https://doi.org/10.1088/0965-0393/22/4/045011>
- Maresca, F., Kouznetsova, V. G., & Geers, M. G. D. (2014b). Subgrain lath martensite mechanics: A numerical–experimental analysis. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 73, 69-83. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2014.09.002>
- Maresca, F., Kouznetsova, V. G., & Geers, M. G. D. (2016). Reduced crystal plasticity for materials with constrained slip activity. *Mechanics of Materials*, 92, 198-210. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2015.09.011>
- McDowell, D. L., & Dunne, F. P. E. (2010). Microstructure-sensitive computational modeling of fatigue crack formation. *International Journal of Fatigue*, 32(9), 1521-1542. <https://doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2010.01.003>

- Mine, Y., Hirashita, K., Takashima, H., Matsuda, M., & Takashima, K. (2013). Micro-tension behaviour of lath martensite structures of carbon steel. *Materials Science and Engineering: A*, 560, 535-544. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2012.09.099>
- Moerman, J., Triguero, P. R., Tasan, C., & van Liempt, P. (2011). Evaluation of Geometrically Necessary Dislocations Density (GNDD) near Phase Boundaries in Dual Phase Steels by Means of EBSD. *Materials Science Forum*, 702-703, 485-488. <https://doi.org/10.4028/www.scientific.net/MSF.702-703.485>
- Morito, S., Adachi, Y., & Ohba, T. (2009). Morphology and Crystallography of Sub-Blocks in Ultra-Low Carbon Lath Martensite Steel. *Materials Transactions*, 50(8), 1919-1923. <https://doi.org/10.2320/matertrans.MRA2008409>
- Morito, S., Huang, X., Furuhashi, T., Maki, T., & Hansen, N. (2006). The morphology and crystallography of lath martensite in alloy steels. *Acta Materialia*, 54(19), 5323-5331. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2006.07.009>
- Morito, S., Nishikawa, J., & Maki, T. (2003). Dislocation Density within Lath Martensite in Fe-C and Fe-Ni Alloys. *ISIJ International*, 43(9), 1475-1477. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.43.1475>
- Morito, S., Oh-Ishi, K., Hono, K., & Ohba, T. (2011). Carbon Enrichment in Retained Austenite Films in Low Carbon Lath Martensite Steel. *ISIJ International*, 51(7), 1200-1202. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.51.1200>
- Morito, S., Tanaka, H., Konishi, R., Furuhashi, T., & Maki, T. (2003). The morphology and crystallography of lath martensite in Fe-C alloys. *Acta Materialia*, 51(6), 1789-1799. [https://doi.org/10.1016/s1359-6454\(02\)00577-3](https://doi.org/10.1016/s1359-6454(02)00577-3)
- Morito, S. H., T., Ohba, T., & Adachi, Y. (2014). *The relationship between microstructural units and their boundary natures in ultra-low carbon lath martensite*, 35th RISO symposium.
- Morsdorf, L., Jeannin, O., Barbier, D., Mitsuhara, M., Raabe, D., & Tasan, C. C. (2016). Multiple mechanisms of lath martensite plasticity. *Acta Materialia*, 121, 202-214. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2016.09.006>
- Morsdorf, L., Tasan, C. C., Ponge, D., & Raabe, D. (2015). 3D structural and atomic-scale analysis of lath martensite: Effect of the transformation sequence. *Acta Materialia*, 95, 366-377. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2015.05.023>
- Mosayebi, M., Deschênes, P.-A., Paquet, D., Tôm-Thât, L., & Bassim, N. (2025). Three-dimensional analysis of local and dominant habit planes in a lath martensitic stainless steel. *Materialia*, 42. <https://doi.org/10.1016/j.mtla.2025.102494>

- Mosayebi, M., Paquet, D., Deschênes, P.-A., Tôm-Thât, L., & Bassim, N. (2025). Three-dimensional characterization of morphology and distribution of boundary networks in a low-carbon martensitic stainless steel. *Materials Characterization*, 229. <https://doi.org/10.1016/j.matchar.2025.115456>
- Mosayebi, M., Paquet, D., Deschênes, P.-A., Tôm-Thât, L., Huang, B., & Bassim, N. (2025). On the correlation between the habit plane and 3D morphology of lath martensite: A direct 3D observation using serial sectioning tomography of a low-carbon stainless steel. *Scripta Materialia*, 255. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2024.116367>
- Muir, H., Averbach, B.L., Cohen, M. (1955). The elastic limit and yield behaviour of hardened steels. *Trans ASM*, 47, 380-399.
- Nakashima, K., Fujimura, Y., Matsubayashi, H., Tsuchiyama, T., & Takaki, S. (2007). Yielding Behavior and Change in Dislocation Substructure in an UltraLow Carbon Martensitic Steel. *Tetsu-to-Hagane*, 93(6), 459-465. <https://doi.org/10.2355/tetsutohagane.93.459>
- Nambu, S., Michiuchi, M., Ishimoto, Y., Asakura, K., Inoue, J., & Koseki, T. (2009). Transition in deformation behavior of martensitic steel during large deformation under uniaxial tensile loading. *Scripta Materialia*, 60(4), 221-224. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2008.10.007>
- Ohmura, T., Minor, A. M., Stach, E. A., & Morris, J. W. (2004). Dislocation–grain boundary interactions in martensitic steel observed through in situ nanoindentation in a transmission electron microscope. *Journal of Materials Research*, 19(12), 3626-3632. <https://doi.org/10.1557/jmr.2004.0474>
- Orowan, E. (1940). Problems of plastic gliding. *Proceedings of the Physical Society*, 52(1), 8-22. <https://doi.org/10.1088/0959-5309/52/1/303>
- Pandey, A., Wheeler, R., Shyam, A., & Stoughton, T. B. (2016). Onset of Plasticity via Relaxation Analysis (OPRA). *Experimental Mechanics*, 56(6), 1095-1107. <https://doi.org/10.1007/s11340-016-0152-3>
- Paquet, D., Deschênes, P.-A., Timoshevskii, V., Tôm-Thât, L., Lévesque, J.-B., Serventi, A. M., Greenwood, M., Provatas, N., Chakraborty, P., Bassim, N. (2024). Hydro Quebec Efforts Toward an Integrated Computational Materials Engineering Framework for Hydraulic Turbine Engineering, *Proceedings of the 63rd Conference of Metallurgists*.
- Paquin, M., Thibault, D., Bocher, P., Lévesque, J.-B., Verreman, Y., & Shinozaki, K. (2015). Assessment of cold cracking tests for low transformation temperature martensitic stainless steel multipass welds. *Welding in the World*, 59(4), 521-532. <https://doi.org/10.1007/s40194-015-0227-2>

- Patra, A., Zhu, T., & McDowell, D. L. (2014). Constitutive equations for modeling non-Schmid effects in single crystal bcc-Fe at low and ambient temperatures. *International Journal of Plasticity*, 59, 1-14. <https://doi.org/10.1016/j.ijplas.2014.03.016>
- Rosenberg, J. M., & Piehler, H. R. (1971). Calculation of the Taylor factor and lattice rotations for bcc metals deforming by pencil glide. *Metallurgical Transactions*, 2(1), 257-259. <https://doi.org/10.1007/bf02662666>
- Roters, F., Eisenlohr, P., Hantcherli, L., Tjahjanto, D. D., Bieler, T. R., & Raabe, D. (2010). Overview of constitutive laws, kinematics, homogenization and multiscale methods in crystal plasticity finite-element modeling: Theory, experiments, applications. *Acta Materialia*, 58(4), 1152-1211. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2009.10.058>
- Roters, F., Eisenlohr, P., Bieler, T.R., Raabe, D. (2010). *Crystal Plasticity Finite Element Methods in Materials Science and Engineering*, Wiley.
- Rui, S.-S., Niu, L.-S., Shi, H.-J., Wei, S., & Tasan, C. C. (2019). Diffraction-based misorientation mapping: A continuum mechanics description. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 133. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2019.103709>
- Sandoval, L., Urbassek, M. H., & Entel, P. (2009). The Bain versus Nishiyama–Wassermann path in the martensitic transformation of Fe. *New Journal of Physics*, 11(10), 103027. <https://doi.org/10.1088/1367-2630/11/10/103027>
- Schastlivtsev, V. M., Rodionov, D. P., Khlebnikova, Y. V., & Yakovleva, I. L. (1999). Peculiarity of structure and crystallography of plastic deformation of lath martensite in structural steels. *Materials Science and Engineering: A*, 273-275, 437-442. [https://doi.org/10.1016/s0921-5093\(99\)00323-8](https://doi.org/10.1016/s0921-5093(99)00323-8)
- Shanthraj, P., & Zikry, M. A. (2013). Microstructurally induced fracture nucleation and propagation in martensitic steels. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*, 61(4), 1091-1105. <https://doi.org/10.1016/j.jmps.2012.11.006>
- Shibata, A., Nagoshi, T., Sone, M., Morito, S., & Higo, Y. (2010). Evaluation of the block boundary and sub-block boundary strengths of ferrous lath martensite using a micro-bending test. *Materials Science and Engineering: A*, 527(29-30), 7538-7544. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.08.026>
- Shim, S., Bei, H., Miller, M. K., Pharr, G. M., & George, E. P. (2009). Effects of focused ion beam milling on the compressive behavior of directionally solidified micropillars and the nanoindentation response of an electropolished surface. *Acta Materialia*, 57(2), 503-510. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2008.09.033>

- Takaki, S., Ngo-Huynh, K.-L., Nakada, N., & Tsuchiyama, T. (2012). Strengthening Mechanism in Ultra Low Carbon Martensitic Steel. *ISIJ International*, 52(4), 710-716. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.52.710>
- Takenouchi, Y., Wada, S., Masumura, T., Tsuchiyama, T., Okano, H., & Takagi, S. (2022). Relation between Low Elastic Limit and Mobile Dislocation Density in Ultra-low Carbon Martensitic Steel. *ISIJ International*, 62(10), 2000-2007. <https://doi.org/10.2355/isijinternational.ISIJINT-2022-196>
- Thibault, D., Bocher, P., Thomas, M., Gharghour, M., & Côté, M. (2010). Residual stress characterization in low transformation temperature 13%Cr–4%Ni stainless steel weld by neutron diffraction and the contour method. *Materials Science and Engineering: A*, 527(23), 6205-6210. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2010.06.035>
- Thibault, D., Bocher, P., Thomas, M., Lantaigne, J., Hovington, P., & Robichaud, P. (2011). Reformed austenite transformation during fatigue crack propagation of 13%Cr–4%Ni stainless steel. *Materials Science and Engineering: A*, 528(21), 6519-6526. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2011.04.089>
- Tiwari, D., Khan, A., Deschênes, P.-A., Paquet, D., & Chakraborty, P. (2025). A grain boundary region model to capture grain size and misorientation effects on elasto-plastic response of polycrystals. *Mechanics of Materials*. <https://doi.org/10.1016/j.mechmat.2025.105541>
- Turcot, G. (2022). *Development of a Spherical Indentation Inverse Methodology to Estimate Bulk Tensile Properties of Metals for Applications to Welds*, Polytechnique Montréal.
- Turcot, G., Paquet, D., Lévesque, M., & Turenne, S. (2022). A novel inverse methodology for the extraction of bulk elasto-plastic tensile properties of metals using spherical instrumented indentation. *International Journal of Solids and Structures*, 236-237. <https://doi.org/10.1016/j.ijsolstr.2021.111317>
- Ueki, S., & Morito, S. (2025). Anisotropic slip behaviour of lath martensite block in ultra-low carbon steel. *Scripta Materialia*, 255. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2024.116389>
- Vermeij, T., Mornout, C. J. A., Rezazadeh, V., & Hoefnagels, J. P. M. (2023). Martensite plasticity and damage competition in dual-phase steel: A micromechanical experimental–numerical study. *Acta Materialia*, 254. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2023.119020>
- Vermeij, T., Sharma, A., Steinbach, D., Lou, J., Michler, J., & Maeder, X. (2025). In situ transmission Kikuchi diffraction tensile testing. *Scripta Materialia*, 261. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2025.116608>

- Voothaluru, R., Bedekar, V., Xie, Q., Stoica, A. D., Hyde, R. S., & An, K. (2018). In-situ neutron diffraction and crystal plasticity finite element modeling to study the kinematic stability of retained austenite in bearing steels. *Materials Science and Engineering: A*, 711, 579-587. <https://doi.org/10.1016/j.msea.2017.11.069>
- Wheeler, R., Pandey, A., Shyam, A., Tan, T., & Lara-Curzio, E. (2015). Small Scale Mechanical Characterization of Thin Foil Materials via Pin Load Microtesting. *Experimental Mechanics*, 55(7), 1375-1387. <https://doi.org/10.1007/s11340-015-0020-6>
- Winchell, P. G., & Cohen, M. (1962). The Strength of Martensite. *Office of Naval Research*. Contract Nonr-1841(35), Technical Report No. 6, DSR 7618.
- Xiao, Y., Wehrs, J., Ma, H., Al-Samman, T., Korte-Kerzel, S., Göken, M., Michler, J., Spolenak, R., & Wheeler, J. M. (2017). Investigation of the deformation behavior of aluminum micropillars produced by focused ion beam machining using Ga and Xe ions. *Scripta Materialia*, 127, 191-194. <https://doi.org/10.1016/j.scriptamat.2016.08.028>
- Xie, D., Huang, L., Shih, H.-C., Tran, H., Chew, H. B., Lyu, Z., Liaw, P. K., Ren, Y., Bower, A. F., & Gao, Y. (2025). In situ synchrotron X-ray diffraction and crystal plasticity studies of the deformation and fatigue crack growth behavior in a TRIP-assisted advanced high strength steel. *Acta Materialia*, 293. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2025.121122>
- Yalcinkaya, T., Brekelmans, W. A. M., & Geers, M. G. D. (2008). BCC single crystal plasticity modeling and its experimental identification. *Modelling and Simulation in Materials Science and Engineering*, 16(8). <https://doi.org/10.1088/0965-0393/16/8/085007>
- Zienkiewicz, O. C., Taylor, R. L. (2000). *The Finite Element Method, Volume I: The Basis* (5th ed.), Butterworth-Heinemann Ltd.
- Zikry, M. A., & Kao, M. (1996). Dislocation based multiple-slip crystalline constitutive formulation for finite-strain plasticity. *Scripta Materialia*, 34(7), 1115-1121. [https://doi.org/10.1016/1359-6462\(95\)00629-x](https://doi.org/10.1016/1359-6462(95)00629-x)