



HAL
open science

**Fatigue sous très faibles amplitudes de contrainte :
Analyse des mécanismes précurseurs de l'amorçage de
fissures dans le cuivre polycristallin**

Ngoc-Lam Phung

► **To cite this version:**

Ngoc-Lam Phung. Fatigue sous très faibles amplitudes de contrainte: Analyse des mécanismes précurseurs de l'amorçage de fissures dans le cuivre polycristallin. Autre. Ecole nationale supérieure d'arts et métiers - ENSAM, 2012. Français. NNT : 2012ENAM0013 . pastel-00835203

HAL Id: pastel-00835203

<https://pastel.hal.science/pastel-00835203>

Submitted on 18 Jun 2013

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

École doctorale n° 432 : Arts et Métiers ParisTech

Doctorat ParisTech

THÈSE

pour obtenir le grade de docteur délivré par

l'École Nationale Supérieure d'Arts et Métiers

Spécialité " Mécanique "

présentée et soutenue publiquement par

Ngoc – Lam PHUNG

10/12/2012

**Fatigue sous très faibles amplitudes de contrainte :
Analyse des mécanismes précurseurs de l'amorçage de fissures
dans le cuivre polycristallin**

Directeur de thèse : **Véronique FAVIER**
Co-encadrement de la thèse : **Nicolas RANC**

Jury

| | | | |
|-----|------------------|---|-------------|
| M. | Marc FIVEL | Directeur de recherche CNRS, Université de Grenoble | Président |
| M. | Maxime SAUZAY | Docteur, HDR, CEA Saclay | Rapporteur |
| Mme | Véronique AUBIN | Professeur, Ecole centrale de Paris | Rapporteur |
| M. | Eric CHARKALUK | Chargé de recherche CNRS, HDR, Université de Lille | Examinateur |
| M. | Nicolas RANC | Maître de conférences, Arts et Métiers ParisTech CER Paris | Examinateur |
| Mme | Véronique FAVIER | Professeur, Arts et Métiers ParisTech CER Paris | Examinateur |
| M. | Charles MAREAU | Maître de conférences, Arts et Métiers ParisTech CER Angers | Invité |

REMERCIEMENTS

Je tiens à exprimer mes sincères remerciements à Véronique FAVIER et Nicolas RANC, mes directeurs de thèse. Leur compétence et leurs conseils avisés m'ont permis d'orienter mes travaux de recherche dans la meilleure direction. Leurs corrections du manuscrit m'a été d'un grand soutien. Particulièrement, ils m'ont fait bénéficier de leur rigueur scientifique et de leur longue expérience dans le domaine.

Un grand merci à tous les membres du projet DISFAT et M. Hael MUGHRABI pour les remarques et pour les discussions précieuses dans les réunions d'avancement. Je voudrais remercier Frédéric VALES pour la formation du MEB, merci Gérard ROGER pour les éprouvettes irréprochables, merci Hoang Son TRAN et le labo LSPM pour les analyses EBSD. Je remercierai en particulier Alex Chong WANG, Antoine BLANCHE et Nicolas MARTI qui préparent leur thèse dans le même projet DISFAT que moi. Nos discussions et nos coopérations ont contribué beaucoup en avancement de la thèse.

Je ne pourrais oublier de remercier toutes les membres du laboratoire PIMM où j'ai réalisé mes travaux de recherche. Si j'avais une progression en langue française et une joie de venir travailler chaque jour, c'est en grande partie grâce à leur convivialité.

Enfin, je remercie mes amis en France de m'avoir apporté leur soutien moral et amical tout au long de mes journées ici. Je remercie ma famille au Vietnam qui m'encourage sans cesse depuis toutes ces années malgré une dizaine de mille kilomètres de distance. Leur soutien permanent est un trésor précieux en toutes circonstances. Particulièrement, pour Tuyet, ma femme, avec qui j'ai pu partager pleinement les joies et les soucis. Sa patience, sa compréhension, sa confiance et simplement, ses plats chauds, sa présence m'ont chaque jour donné le courage sans relâche.

TABLES DES MATIERES

| | |
|--|-----------|
| INTRODUCTION GENERALE | 1 |
| Chapitre I Etude bibliographique et positionnement du travail de thèse..... | 5 |
| I.1 Matériaux de type I et Matériaux de type II | 5 |
| I.2 Courbe S-N – Caractérisation de la durée de vie en fatigue | 6 |
| I.2.1 Les trois régimes | 6 |
| I.2.2 Cas des matériaux de type I | 8 |
| I.2.2.1 Durée de vie en fatigue | 8 |
| I.2.2.2 Amorçage de fissure | 9 |
| I.3 Bandes persistantes de glissement (PSB) et « irréversibilité » du glissement | 13 |
| I.3.1 Mécanismes de plasticité monotone | 13 |
| I.3.1.1 Description de la courbe de traction monotone d'un polycristal métallique ductile | 13 |
| I.3.1.2 Les origines de la déformation plastique | 14 |
| I.3.1.3 Traces de glissement sur la surface des éprouvettes | 16 |
| I.3.2 Déformation recouvrable et déformation irréversible | 16 |
| I.3.3 Mécanismes de déformation en plasticité cyclique dans le régime HCF..... | 17 |
| I.3.3.1 Glissement « réversible » et glissement « irréversible » au cours d'un cycle | 17 |
| I.3.3.2 Structures de dislocations en fatigue | 21 |
| I.4 Fatigue à très grand nombre de cycles VHCF | 28 |
| I.4.1 Machines d'essais de fatigue : | 28 |
| I.4.2 Microplasticité dans le régime VHCF en fatigue ultrasonique..... | 30 |
| I.5 Conclusions..... | 34 |
| Chapitre II Matériaux étudiés | 37 |
| II.1 Etude de la microstructure | 37 |
| II.1.1 Cuivre étiré (Goodfellow) | 37 |
| II.1.2 Cuivre pur commercial CuOF laminé à chaud (Griset)..... | 42 |

| | |
|---|-----------|
| II.2 Préparation des éprouvettes | 47 |
| II.2.1 Usinage | 47 |
| II.2.2 Traitement thermique | 48 |
| II.2.3 Polissage | 48 |
| II.3 Comportement en traction monotone uniaxiale | |
| à différentes vitesses de déformation | 50 |
| II.3.1 Technique expérimentale..... | 50 |
| II.3.2 Comportement en traction uniaxiale du cuivre étiré | 51 |
| II.3.3 Comportement en traction uniaxiale du cuivre laminé..... | 53 |
| II.3.4 Comparaison des comportements en traction des 2 cuivres étudiés..... | 54 |
| II.4 Bilan | 57 |
| | |
| <u>Chapitre III</u> Dispositifs Expérimentaux | 59 |
| III.1 Essai de fatigue ultrasonique..... | 59 |
| III.1.1 Présentation de la machine de fatigue ultrasonique | 59 |
| III.1.2 Principe de dimensionnement des éprouvettes..... | 63 |
| III.1.2.1 Introduction | 63 |
| III.1.2.2 Mise en équation du problème | 64 |
| III.1.2.3 Cas particulier d'une barre cylindrique de section constante. | 66 |
| III.1.2.4 Dimensionnement des éprouvettes à section variable..... | 72 |
| III.1.3 Dimensionnement et calcul de distribution de contrainte | |
| dans les éprouvettes de fatigue ultrasonique | 74 |
| III.1.3.1 Eprouvette cylindrique | 74 |
| III.1.3.2 Eprouvette plate..... | 77 |
| III.1.4 Etalonnage de la machine et | |
| mesure de la déformation dans l'éprouvette | 80 |
| III.2 Techniques d'observations et d'analyses | 86 |
| III.2.1. Microscope optique | 86 |
| III.2.2. Microscopie électronique à balayage | 87 |
| III.2.3. Technique EBSD..... | 88 |
| III.2.4. Microscopie à force atomique | 95 |
| III.2.5. La caméra infrarouge (IR)..... | 98 |

Chapitre IV Caractérisation de la durée de vie du cuivre pur polycristallin

| | |
|--|-----|
| dans le domaine VHCF | 99 |
| IV.1 Courbe S – N..... | 99 |
| IV.2 Distribution des bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette | 105 |
| IV.3 Faciès de rupture et Amorçage de fissure - Observations et discussions..... | 109 |
| IV.4 Conclusions | 121 |

Chapitre V Observation des traces de plasticité

| | |
|--|-----|
| sur la surface d'éprouvettes sollicitées en fatigue | 123 |
| V.1. Description des bandes de glissement..... | 123 |
| V.1.1 Bandes de glissement de type I | 124 |
| V.1.2 Bandes de glissement de type II | 127 |
| V.1.3 Bandes de glissement de type III | 131 |
| V.2. Constatations générales pour tous les types de bandes | 138 |
| V.3 Effet de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma/2$ et du nombre de cycles N sur l'évolution des bandes de glissement | 143 |
| V.3.1/ Evolution des bandes de glissement en fonction du nombre de cycles.143 | |
| V.3.1.1 Bandes de glissement de type I | 143 |
| V.3.1.2 Bandes de glissement de type II..... | 144 |
| V.3.1.3 Bandes de glissement de type III..... | 147 |
| V.3.2 Apparition des premières bandes et effet de l'amplitude de contrainte .148 | |
| V.4 Discussion | 154 |
| V.4.1 Les bandes de type I | 154 |
| V.4.2 Coexistence des bandes de types III, II et I..... | 155 |
| V.5 Conclusions | 158 |

Chapitre VI Critères d'apparition des bandes de type II et de type III - Estimation des

| | |
|--|-----|
| champs mécaniques locaux par simulations éléments finis | 159 |
| VI.1. Introduction..... | 159 |
| VI.2 Définition de critères fondés sur la cristallographie | 162 |
| VI.2.1 L'orientation du cristal..... | 162 |
| VI.2.2 Anisotropie élastique cristalline..... | 163 |
| VI.2.3 Anisotropie plastique cristalline | 164 |

| | | |
|---------------------|---|------------|
| VI.2.3.1 | Définition des systèmes de glissement..... | 165 |
| VI.2.3.2 | Critère de Schmid..... | 166 |
| VI.2.3.2.1 | Facteur de Schmid..... | 166 |
| VI.2.3.2.2 | Tenseur de Schmid | 167 |
| VI.2.3.2.3 | Critères d'activation des systèmes de glissement considérés dans l'étude..... | 168 |
| VI.2.4 | Angle « π »..... | 169 |
| VI.2.5 | Angle « β »..... | 170 |
| VI.3 | Rôle du voisinage sur la distribution de contrainte dans les grains - Champ de contraintes à la surface d'un bicristal calculé par simulation éléments finis | 171 |
| VI.3.1. | Géométrie du problème et conditions limites | 171 |
| VI.3.2 | Influence de la désorientation entre deux grains sur l'hétérogénéité du champ de contrainte | 172 |
| VI.3.3. | Influence de l'orientation du joint de grain sur l'hétérogénéité du champ de contrainte | 178 |
| VI.3.4. | Conclusions | 183 |
| VI.4. | Calculs du champ de contraintes à la surface d'un multi-cristal..... | 184 |
| VI.4.1. | Introduction | 184 |
| VI.4.2 | Méthode utilisée pour effectuer le calcul..... | 186 |
| VI.4.3 | Analyse des bandes de type II..... | 188 |
| VI.4.3.1 | Identification des systèmes de glissement actifs..... | 196 |
| VI.4.3.2 | Localisation des bandes de glissement de type II au joint de grain..... | 197 |
| VI.4.4 | Analyse des bandes de type III | 197 |
| VI.4.5 | Discussion : Critères d'apparition et mécanismes de formation des bandes de types II et III | 205 |
| VI.4.5.1 | Bandes de type II | 206 |
| VI.4.5.2 | Bandes de type III | 209 |
| VI.4.5.3 | Scénario proposé pour la formation des bandes de types III, II et I | 215 |
| VI.4.6 | Conclusion | 219 |
| Chapitre VII | Evolution de la microplasticité - Mesure de la dissipation intrinsèque et observation des bandes de glissement | 221 |

| | |
|--|---------|
| VII.1. Procédure expérimentale et calcul de la dissipation intrinsèque | 222 |
| VII.1.1 Procédure expérimentale | 222 |
| VII.1.2 Modèle de diffusion de la chaleur | 223 |
| VII.1.3 Calcul de la distribution des sources de chaleur le long de l'axe de l'éprouvette (modèle 1D)..... | 225 |
| VII.1.4 Calcul de la dissipation intrinsèque moyenne | 226 |
| VII.2. Résultats..... | 227 |
| VII.2.1 Dissipation intrinsèque et traces de plasticité | 227 |
| VII.2.2 Evolution de la dissipation en fonction de l'amplitude de contrainte..... | 232 |
| VII.2.3 Effet d'une précharge sur la dissipation intrinsèque..... | 235 |
| VII.3. Conclusions..... | 237 |
| CONCLUSION ET PERSPECTIVES | 239 |
| ANNEXES..... | 243 |
| <u>ANNEXE 1</u> Identification des systèmes de glissement activés dans les grains plastifiés par des bandes de type II..... | 245 |
| <u>ANNEXE 2</u> Identification des systèmes de glissement activés dans les grains plastifiés par des bandes de type III | 249 |
| <u>ANNEXE 3</u> Identification des macles..... | 253 |
| BIBLIOGRAPHIE | 257 |

INTRODUCTION GENERALE

Les structures mécaniques utilisées dans l'industrie sont généralement soumises à des chargements cycliques complexes qui conduisent souvent à la ruine des matériaux et des structures par fatigue. L'étude du comportement en fatigue des matériaux se divise classiquement en deux domaines : la fatigue à faible nombre de cycles (domaine LCF : Low Cycle Fatigue) pour des durées de vie inférieures à 10^4 cycles et la fatigue à grand nombre de cycles (domaine HCF : High Cycle Fatigue). Dans le régime HCF, on trace en général une courbe donnant l'amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles à rupture appelée courbe S-N et on définit la limite de fatigue comme l'amplitude de contrainte pour laquelle on n'a pas rupture jusqu'à 10^7 cycles. On suppose alors que pour une amplitude de contrainte inférieure à cette limite de fatigue, l'éprouvette ou la structure aura une durée de vie infinie.

Or de nos jours, beaucoup de systèmes mécaniques travaillent à des nombres de cycles bien plus élevés que 10^7 cycles. On peut par exemple citer les cas des structures ferroviaires et aéronautiques dans le domaine du transport ou les conduites de gaz et les cuves de réacteur nucléaire dans le domaine de l'énergie. Des ruptures peuvent se produire à des nombres de cycles supérieurs à 10^7 cycles même si les amplitudes de contraintes sont inférieures à la limite de fatigue conventionnelle. On comprend donc qu'il est capital de savoir prédire la durée de vie des matériaux et des structures en fatigue pour des nombres de cycles allant jusqu'à 10^{11} . Un nouveau domaine de fatigue appelé fatigue à très grand nombre de cycles ou fatigue gigacyclique (VHCF : Very High Cycle Fatigue ou UHCF Ultra High Cycle Fatigue) a donc été défini.

Le projet de recherche DISFAT (<http://pimm.paris.ensam.fr/disfat/fr>) s'inscrit dans cette thématique de recherche. Il a pour objectif d'étudier les mécanismes précurseurs de l'amorçage de fissures dans le cas de métaux ductiles monophasés sollicités à des amplitudes de contrainte inférieures à la limite de fatigue conventionnelle correspondant donc au domaine VHCF. Dans cette thèse qui s'appuie sur le projet de recherche DISFAT, nous nous intéressons plus particulièrement au cuivre pur, dont la structure est cubique à faces centrées (f.c.c.) et la microstructure monophasée. Ce matériau a déjà été très étudié dans la littérature pour des sollicitations de fatigue dans le régime HCF. L'objectif de la thèse est de mieux comprendre les mécanismes de déformation plastique lors de la phase d'amorçage des fissures de fatigue dans le

domaine de la fatigue à très grand nombre de cycles. Nous nous sommes plus particulièrement intéressés à l'observation et à la caractérisation des premiers signes d'irréversibilité associés à la sollicitation de fatigue. Cette irréversibilité se manifeste à la fois sous forme de bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette et par un auto-échauffement du matériau dû à la dissipation intrinsèque. Dans cette thèse nous avons donc mis en place une campagne d'essais de fatigue avec simultanément des mesures de l'auto-échauffement afin de quantifier la dissipation intrinsèque et des observations des bandes de glissement à la surface des éprouvette. Les effets de l'amplitude de la contrainte et du nombre de cycles ont été étudiés. Les échauffements ont été mesurés à l'aide d'une caméra infra-rouge et l'évolution des traces de plasticité à la surface de l'éprouvette a été caractérisée qualitativement et quantitativement en utilisant les techniques de Microscopie Optique (MO), Microscope Electronique à Balayage (MEB) et Microscope à Force Atomique (AFM). Afin d'obtenir des nombres de cycle importants dans des temps raisonnables, l'ensemble des essais a été réalisé avec une machine de fatigue ultrasonique fonctionnant à une fréquence de 20kHz. Les résultats d'essais concernant l'observation des bandes de glissement ont ensuite été corrélés avec la microstructure via des simulations éléments finis quasi-3D sur des agrégats multicristallins et analysés afin de mieux comprendre les mécanismes d'amorçage.

Le manuscrit se décompose en sept chapitres.

Le premier chapitre aborde le contexte et les travaux précédents sur la fatigue du cuivre. Nous nous concentrons essentiellement sur les traces de plasticité en surface des éprouvettes sollicitées, les mécanismes de plasticité associés et les structures de dislocation obtenues en HCF puis VHCF. Ce chapitre a pour but de construire une base de référence et d'expliquer plus précisément les objectifs de cette étude.

Le chapitre II est consacré à l'étude des matériaux étudiés. L'état initial des deux cuivres purs polycristallins utilisés a été caractérisé : microstructure, texture cristallographique – morphologique et caractéristiques mécaniques. Une attention particulière est portée sur l'état de surface des éprouvettes avant sollicitation. Une procédure de préparation des éprouvettes a été établie afin d'obtenir un état de surface contrôlé : surface très lisse, et sans contraintes résiduelles dues à l'usinage et à la préparation de l'éprouvette.

Le chapitre III présente les dispositifs expérimentaux utilisés. La technique de fatigue ultrasonique, le dimensionnement des éprouvettes, le calcul des amplitudes de contraintes et l'étalonnage du système sont présentés. Les techniques expérimentales d'observation par microscopie optique, microscopie MEB et microscopie à force atomique ainsi que la thermographie infrarouge sont également détaillées.

Pour étudier les mécanismes de déformation et d'amorçage de fissures en fatigue à très grand nombre de cycles, il est nécessaire, tout d'abord, d'établir la courbe S-N du matériau dans ce régime. **Le chapitre IV** présente les courbes S-N des 2 cuivres étudiés établies expérimentalement. Les faciès de rupture et l'amorçage des fissures sont également présentés et discutés.

Le chapitre V présente l'évolution des traces de plasticité sur la surface de l'éprouvette en cuivre pur laminé à chaud sous chargement cyclique dans le régime VHCF. Dans la première partie, les caractéristiques des 3 types de bandes de glissement observés sont présentées. Ensuite, l'évolution des bandes en fonction de l'amplitude de contrainte et du nombre de cycle est étudiée.

Le chapitre VI aborde une étude de l'influence de l'orientation et de la morphologie des grains sur la distribution du champ de contrainte par simulation éléments finis à l'échelle des agrégats. Les résultats de simulation polycristalline sur les zones où les premières bandes de type II et de type III ont été observées nous permettent de proposer un critère mécanique d'apparition des bandes de types II et III.

Le chapitre VII présente l'évolution de la dissipation intrinsèque dans l'éprouvette en fonction de l'amplitude de contrainte et du nombre de cycles. La dissipation pendant une sollicitation cyclique peut apparaître comme un bon indicateur de l'évolution de l'activité plastique et une méthode rapide pour déterminer les propriétés en fatigue du matériau.

Enfin, la conclusion générale résume les principaux résultats obtenus dans ce travail et présente quelques perspectives pour la suite de ce travail.

Chapitre I

ETUDE BIBLIOGRAPHIQUE ET POSITIONNEMENT DU TRAVAIL DE THESE

Ce premier chapitre dresse une synthèse bibliographique sur le comportement et les mécanismes de déformation en fatigue à très grand nombre de cycles afin de dégager des questions scientifiques encore ouvertes aujourd'hui.

I.1 Matériaux de type I et Matériaux de type II

Mughrabi [Mughrabi 02] propose de classer les matériaux en deux grands types selon leurs mécanismes d'amorçage de fissure en fatigue VHCF :

- Matériaux de type I : Ce sont des métaux et alliages monophasés ductiles qui ne présentent ni précipité, ni inclusion. Leur microstructure est simple. C'est le cas, par exemple, des métaux purs de structure cubique faces centrées. Les observations montrent que les fissures s'amorcent sur la surface de l'éprouvette.
- Matériaux de type II : Ce sont des métaux et alliages à microstructure plus complexe, multiphasés ou avec des précipités. Les aciers à haute résistance sont typiques des matériaux de type II. Les observations montrent que les fissures s'amorcent sur des inclusions dans le volume de l'éprouvette et en général en sous-surface.

Le travail de thèse présenté dans ce manuscrit est la première étude de la microplasticité en VHCF menée au PIMM. Pour cette raison, nous avons choisi d'étudier les matériaux de type I à structure cubique à faces centrées et à forte énergie de faute d'empilement pour simplifier à la fois la microstructure et les mécanismes de déformation plastique. Les deux obstacles au mouvement des dislocations sont alors les joints de grain et les autres dislocations. Le cuivre pur fait partie de ces matériaux et a été sélectionné pour l'étude car il existe beaucoup de données dans la littérature concernant ce matériau qui serviront de référence et alimenteront nos discussions.

I.2 Courbe S-N – Caractérisation de la durée de vie en fatigue

I.2.1 Les trois régimes

La durée de vie en fatigue est souvent représentée par la courbe de Wöhler ou encore appelée courbe S-N. Elle définit une relation entre l'amplitude de contrainte appliquée σ (*sigma* parfois notée S) et le nombre de cycles à la rupture N_R . La figure I.2.1 est une courbe S-N typique, qui représente la durée de vie en fatigue caractérisée par trois ou quatre régimes [Nishijama 99] ; [Murakami 98] ; [Mughrabi, 99] ; [Mughrabi 01] ; [Mughrabi 02]. On y distingue :

- I. Le régime de la fatigue oligo-cyclique ou à faible nombre de cycles (Low Cycle Fatigue - LCF) pour lequel la rupture de l'éprouvette a lieu à un nombre de cycles inférieur à 10^4 - 10^5 cycles. Les amplitudes de contrainte sont autour de la limite d'élasticité macroscopique du matériau.
- II. Le régime de la fatigue à grand nombre de cycles (High Cycle Fatigue – HCF) pour lequel la rupture de l'éprouvette a lieu à un nombre de cycles compris entre 10^5 et 10^7 . Les amplitudes de contrainte sont environ deux fois inférieures à la limite d'élasticité macroscopique du matériau. La courbe S-N tend vers une asymptote horizontale représentant la limite d'endurance du matériau. Cette asymptote est plus ou bien marquée selon les matériaux et on définit également une limite de fatigue conventionnelle qui correspond à la résistance à la fatigue du matériau à 10^7 cycles. En dessous de la limite d'endurance ou de la limite de fatigue conventionnelle, la durée de vie du matériau est supposée être infinie. Ces limites servent donc pour dimensionner en fatigue les pièces mécaniques.
- III. Le régime de la fatigue à très grand nombre de cycles (Very High Cycle Fatigue – VHCF ou Ultra High Cycle Fatigue), encore appelé fatigue gigacyclique. Les amplitudes de contrainte sont inférieures à la limite de fatigue conventionnelle. Néanmoins, le matériau se rompt après un nombre de cycles supérieur à 10^7 cycles.
- IV. La question de l'existence d'une limite de fatigue reste aujourd'hui une question ouverte.

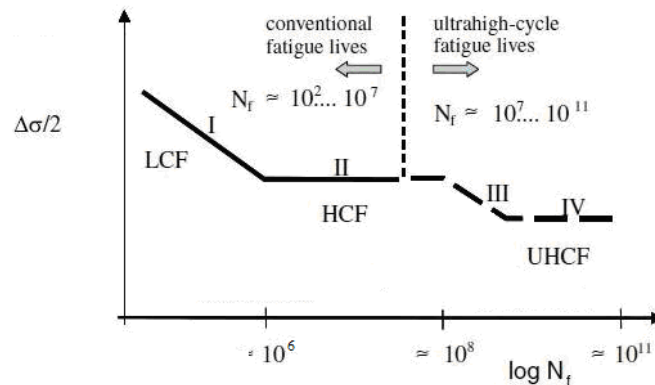


Figure I.2.1. Courbe de Wöhler (Courbe S-N) - présentant le nombre de cycles à rupture en fonction de l'amplitude de contrainte appliquée [Mughrabi 02].

La courbe S-N de la figure I.2.1 est une courbe schématique. La distinction entre les différents régimes est dans la réalité nettement moins marquée, comme l'illustre la figure I.2.2. La présence d'une asymptote dans le domaine de l'endurance (plateau associée à la limite de fatigue conventionnelle) n'est pas toujours observée.

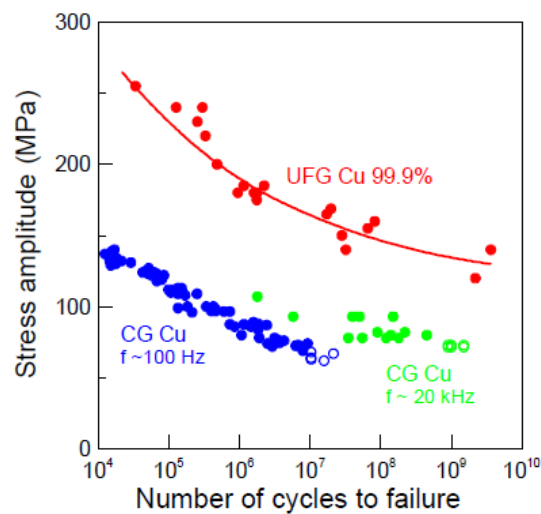


Figure I.2.2 Courbes S-N d'un cuivre à grains ultra fins (UFG Cu 99.9%) et d'un cuivre à grains grossiers (CG Cu). Les symboles pleins correspondent à des éprouvettes cassées alors que les symboles vides correspondent à des éprouvettes non rompues [Mughrabi 06 b].

Dans les régimes I et II, les résultats du cuivre à grains grossiers ont été obtenus à l'aide d'une machine servo-hydraulique conventionnelle travaillant à une fréquence de sollicitation de 100 Hz. Dans le régime VHCF, ils ont été obtenus à l'aide d'une machine ultrasonique engendrant des vibrations résonnantes à la fréquence de 20 kHz. L'utilisation de deux machines différentes rend difficile la superposition des résultats dans le domaine commun. Il peut aussi illustrer un

effet de fréquence. Cette question, bien que fondamentale, ne sera pas étudiée dans ce travail de thèse. Elle est l'objet de la thèse de Nicolas Marti. La manifestation d'un effet de fréquence dépend des matériaux mais aussi des conditions thermiques des essais (refroidis ou non).

I.2.2 Cas des matériaux de type I

I.2.2.1 Durée de vie en fatigue

L'amorçage de fissures dans les métaux ductiles comme les matériaux de type I résulte de déformations plastiques localisées en surface de l'éprouvette. L'accumulation des cycles engendre une déformation plastique à l'échelle macroscopique qui varie au cours d'un cycle et dont l'amplitude varie selon le régime. Manson (1953) et Coffin (1954) ont proposé une loi décrivant l'évolution de l'amplitude de déformation plastique en fonction du nombre de cycles à rupture, connue aujourd'hui sous le nom de loi de Manson-Coffin.

$$\Delta \varepsilon_{pl}/2 = \varepsilon_f' (2N_f)^c \quad (\text{Eq. I.1})$$

De manière équivalente à la courbe S-N, on peut tracer l'évolution de l'amplitude de déformation plastique en fonction du nombre de cycles à rupture. La figure I.2.3 montre que cette loi est bien vérifiée dans le cas du cuivre pur, d'un alliage Cu-Zn (laiton) et d'aciers dans les régimes LCF et HCF.

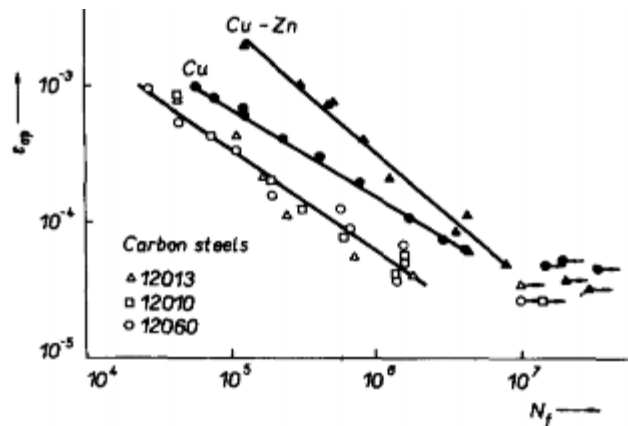


Figure I.2.3 Amplitude de déformation plastique ε_{ap} en fonction du nombre de cycle à rupture N_f en échelle logarithmique du Cu, Cu-Zn et aciers 12013,12010 et 12060 – Courbes établies à partir de sollicitations à 80 Hz [Lukas 74]

La figure I.2.4 montre un diagramme schématique de la courbe Amplitude de déformation plastique-Nombre de cycles à rupture proposé par Mughrabi [Mughrabi 99]. De manière similaire à la courbe S-N schématique (Figure I.2.1), on distingue 4 régimes :

- I. Le régime de la fatigue oligocyclique pour lequel l'amplitude de déformation plastique décroît avec le nombre de cycles à rupture et varie entre 10^{-2} - 10^{-4} .
- II. Le régime de la fatigue HCF pour lequel l'amplitude de déformation plastique varie entre 10^{-4} - 10^{-5} et décroît vers une asymptote établie à 2.5×10^{-5} dans le cas du cuivre [Mughrabi 88]. La valeur de l'asymptote est considérée comme la limite de fatigue conventionnelle de manière similaire à la limite d'endurance. Elle est cohérente avec les résultats de Lukas et al [Lukas 74] qui ne montrent plus de rupture d'éprouvette au voisinage de cette limite à 10^7 cycles.
- III. Le régime de la VHCF pour lequel l'amplitude de déformation plastique est inférieure à 2.5×10^{-5} et tend vers 10^{-5} .
- IV. L'amplitude de déformation plastique n'est pas nulle mais ne conduit plus à la rupture de l'éprouvette.

Rappelons que la courbe de la figure I.2.4 est théorique. Les valeurs d'amplitude de déformation plastique macroscopique dans les régimes III et IV ne sont pas réellement accessibles, car la déformation plastique existe bien mais elle est très localisée. De ce fait, sa valeur moyenne sur l'éprouvette est quasiment nulle. Le comportement du matériau à l'échelle macroscopique est quasi-élastique. Le lien entre déformation plastique et rupture doit être analysée à une échelle beaucoup plus locale.

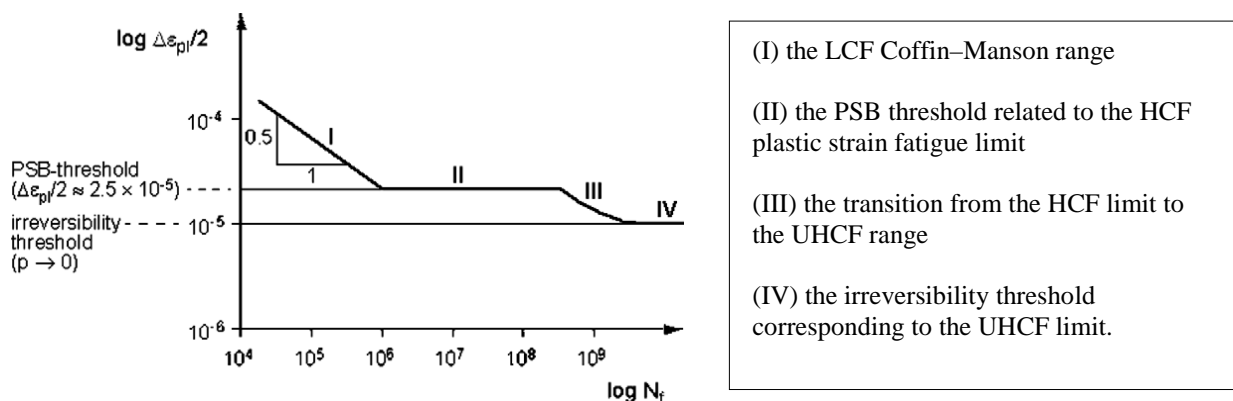


Figure I.2.4 : La courbe S-N pour les matériaux ductile de type I [Mughrabi 99].

I.2.2.2 Amorçage de la fissure

Comme déjà indiqué, pour les matériaux ductiles, l'amorçage de fissures résulte de déformations plastiques localisées en surface de l'éprouvette. Plus précisément, il peut se produire :

- au niveau de bandes de glissement intenses qui émergent à la surface des éprouvettes, encore appelées bandes de glissement persistantes (Persistent Slip Bands – PSB) (Figure I.2.5). Cela donne lieu à de la fissuration intra ou trans-granulaire (Figure I.2.5.a)).
- au niveau de joints de grains donnant lieu à de la fissuration inter-granulaire (Figure I.2.5.b))
- dans les joints de macles (Figure I.2.5.c)).

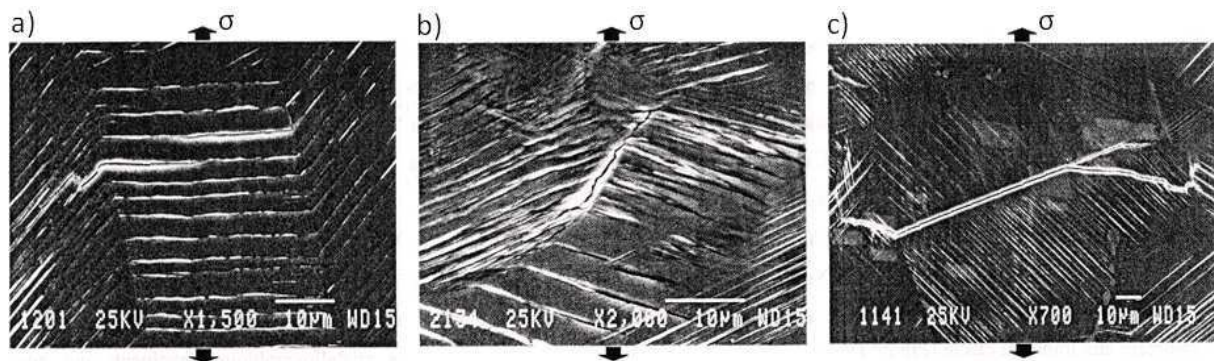


Figure. I.2.5 Fissures de fatigue dans un acier austénitique

sollicitée avec $\Delta\epsilon_p/2 = 2 \times 10^{-3}$, 20 °C

a) fissures trans-granulaires (à 5000 cycles en air),

b) fissures inter-granulaires (à 15000 cycles sous vide),

c) fissures dans les joints de macles (à 12500 cycles en air). [Mineur 00].

La figure précédente (Figure I.2.5) est associée à des sollicitations dans le domaine LCF. Dans le régime HCF, les mêmes sites d'amorçage de fissures existent.

Amorçage de la fissure le long des PSB

Dans la littérature, l'attention s'est portée majoritairement sur la formation de fissures amorcées sur des PSB pour deux raisons (1) ce mode de rupture est fréquent et d'autant plus fréquent que les contraintes sont suffisantes pour activer la plasticité dans les grains et (2) beaucoup d'études concernent les monocristaux donc sans joint de grain.

L'amorçage de fissure sur une PSB se produit à l'interface entre la PSB et la matrice. La figure I.2.6 montre une fissure amorcée le long d'une PSB dans un monocristal de cuivre après 60 000 cycles à $\Delta\epsilon_{pl}/2 = 2 \times 10^{-3}$ [Ma & Laid 89]. L'observation révèle aussi que la déformation dans la PSB est fortement inhomogène et se localise à l'interface PSB – matrice.

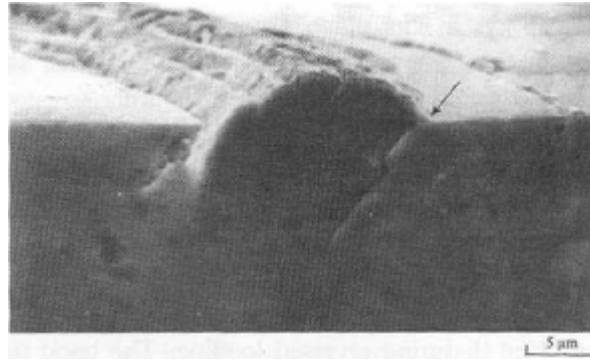


Figure I.2.6 Initiation d'une fissure de fatigue (la flèche) à la frontière d'une PSB dans du cuivre
[Ma & Laird 89]

A l'aide d'observations à haute résolution sous microscope électronique à transmission (MET), Katagiri et al [Katagiri 77] ont observé en même temps la structure de dislocations en échelle, typique des PSB et l'amorçage et la propagation d'une fissure le long de l'interface PSB-matrice dans un polycristal de cuivre (Figure I.2.7). La formation de la fissure n'a pas modifié la structure de dislocation.

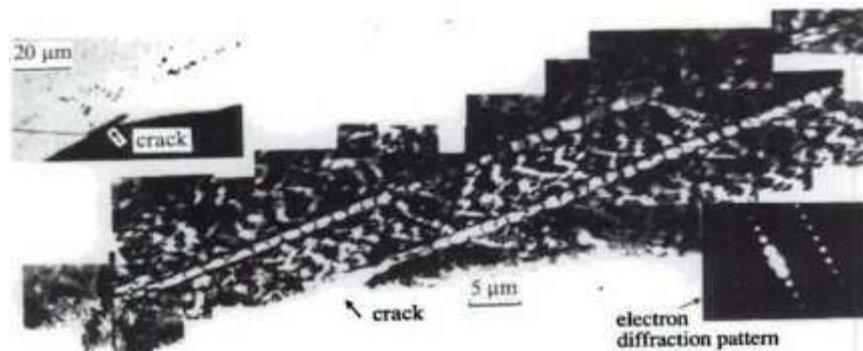


Figure. I.2.7 Amorçage d'une fissure le long une structure en échelle de dislocation typique d'une PSB observée par microscopie électronique à transmission sur un polycristal de cuivre.

Une image en microscope optique montre cette fissure sur la surface de l'éprouvette.

[Katagiri 77]

Amorçage de la fissure aux joints de grain (de macles)

L'interaction entre les PSB et le joint de grain est à l'origine de l'amorçage de la fissure aux joints de grain (macles) [Laird 76] ; [Liu 92] ; [Huang 00] ; [Figuroa 83] ; [Mughrabi 83]. Dans une mesure interférométrique optique des hauteurs des marches de glissement à la facette du grain en fatigue du cuivre, Kim & Laird [Kim 78] ont noté que la fissure en fatigue peut se

produire aux joints de grain (de macles) si : (i) la désorientation entre les 2 grains séparés par le joint est élevée, (ii) le plan de glissement activé dans au moins un des 2 grains fait une trace en surface perpendiculaire à la trace du joint de grain (iii) l'angle entre l'axe de sollicitation et le joint de grain est dans la gamme de 30-90°. Dans les matériaux c.f.c., le joint de macle est parallèle avec un des plans de glissement, la formation des PSB sur le joint de macle est ainsi favorisée bien que cela n'ait été que peu étudié. De plus, le joint de macle est une interface de faible d'énergie. Son rôle à l'initiation de la fissure est constaté depuis longtemps [Thomson, N. 56], [Neumann, P. 88]. La figure I.2.8 présente une nucléation de la fissure le long d'un joint de grain et d'un joint de macle observée sur le cuivre polycristallin. Il faut en fait distinguer 2 types d'interraction entre PSB et fissure au joint de grain (de macle) : soit les PSB est le long du joint (Figure I.2.8. (b)), soit elle forme un angle non nul avec le joint

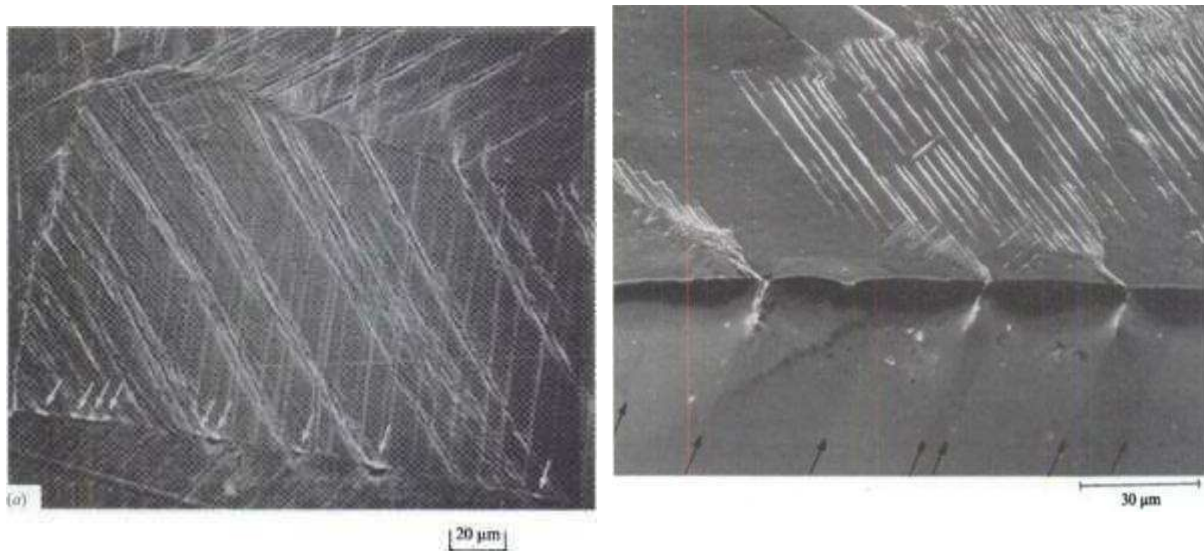


Figure I.2.8. (a) Amorçage d'une fissure (noté par des flèches) le long du joint [Figuerola 83] et (b) les joints de macle (plan de glissement parallèle au joint) [Neumann, P. 88] dans le cuivre polycristallin

En résumé, quelque soit le site d'amorçage de la fissure, la formation des PSB est le mécanisme précurseur de l'amorçage de la fissure. Ainsi, la limite de fatigue conventionnelle est associée à la contrainte (déformation plastique) nécessaire pour former des PSB. Dans le cuivre polycristallin, aux amplitudes de déformation fortes, la fissure s'amorce au joint de grain. A une amplitude de déformation faible, la fissure peut s'amorcer sur les PSB mais le joint de grain reste toujours un site privilégié pour l'amorçage de la fissure. [Huang 00] ; [Creteigny 01]

I.3 Bandes persistantes de glissement (Persistent Slip Bands – PSB) et « irréversibilité » du glissement

Le paragraphe précédent a montré le rôle clé des PSB et de manière générale de la déformation plastique en surface sur l'amorçage de fissures en fatigue LCF et HCF. Dans les mono et polycristaux de type I, la déformation plastique se produit par glissement cristallographique. Après un rappel sur le glissement cristallographique, ce paragraphe explique les principaux mécanismes de formation des PSB à laquelle on associe le concept d'« irréversibilité » du glissement.

I.3.1 Mécanismes de plasticité monotone

I.3.1.1 Description de la courbe de traction monotone d'un polycristal métallique ductile

Lorsque l'on exerce une contrainte monotone sur une éprouvette constituée d'un matériau de type I, cette dernière se déforme en fonction de la contrainte appliquée. Le comportement en traction d'un matériau ductile est représenté par la courbe contrainte en fonction de la déformation (Figure I.3.1). Aux faibles contraintes, la déformation est recouvrable (la déformation revient à zéro quand la contrainte est relâchée) et linéaire avec la contrainte appliquée. Ce régime est appelé régime élastique et se termine par la limite d'élasticité. A partir d'une contrainte supérieure à la limite d'élasticité initiale, l'éprouvette commence à se déformer de façon permanente, c'est-à-dire qu'une déformation subsiste après le relâchement de la contrainte. Cette déformation permanente est appelée déformation plastique. L'augmentation de la déformation plastique nécessite une augmentation de la contrainte appliquée. C'est le phénomène d'écrouissage. Au-delà d'une certaine déformation plastique, l'éprouvette ne peut plus se déformer de façon uniforme. On assiste à une localisation de la déformation à l'échelle macroscopique appelée striction. Elle est suivie par la rupture de l'éprouvette.

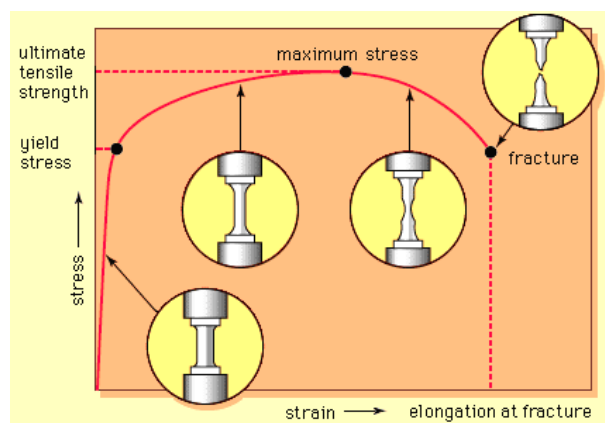


Figure I.3.1 Courbe contrainte - déformation typique d'un matériau ductile monphasé lors d'un essai de traction

I.3.1.2 Les origines de la déformation plastique

La déformation plastique résulte de glissements de plans cristallins parallèles bien définis. (Figure I.3.2). Ces glissements se produisent sur des plans cristallographiques de forte compacité, appelés plans de glissement, et le long de directions particulières au sein de ces plans. Ces directions sont les directions denses du plan de glissement, c'est-à-dire les directions où la distance entre les atomes est la plus petite. Elles sont appelées directions de glissement. La combinaison d'un plan de glissement et d'une direction de glissement forme un système de glissement. Dans les structures cristallines cubiques à faces centrées (c.f.c.), comme le cuivre, il y a 12 systèmes de glissement possibles. Les plans de glissement sont les plans de la famille $\{111\}$. Les directions de glissement sont de la famille $\langle 110 \rangle$. Les 12 systèmes de glissement des structures c.f.c sont précisés au paragraphe VI.2. Les systèmes de glissement s'activent (les plans glissent) lorsque la contrainte de cisaillement sur un plan de glissement et dans la direction de glissement, appelée cission résolue, atteint une valeur critique, appelée cission critique. L'activation des systèmes de glissement produit non seulement une déformation plastique mais aussi une rotation du réseau cristallin pour satisfaire la continuité du déplacement, comme illustré sur la figure I.3.2.

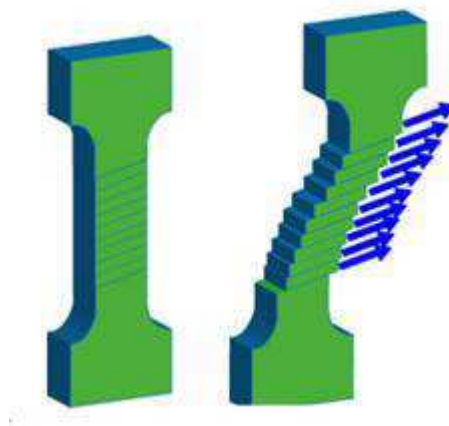


Figure I.3.2 Déformation plastique par glissement cristallin d'une éprouvette monocristalline sollicitée en traction

Le glissement d'un plan résulte du mouvement d'ensemble de défauts cristallins linéaires appelés « dislocations ». Il existe deux types de dislocations : les dislocations coins pour lesquelles le vecteur de Burgers est perpendiculaire à la ligne de dislocation et les dislocations vis pour lesquelles le vecteur de Burgers est parallèle à la ligne de dislocation (Figure I.3.3). Plusieurs ouvrages décrivent de façon très détaillée les mécanismes de plasticité cristalline dans

les matériaux métalliques [Friedel 64], [Hull 01], [François 92] et [Martin 00]. La densité de dislocations représente la longueur totale de dislocations dans une unité de volume (m/m^3). Elle augmente avec la déformation plastique à cause de la création de nouvelles dislocations. Une partie des dislocations peut être éliminé par un traitement thermique approprié (recuit).

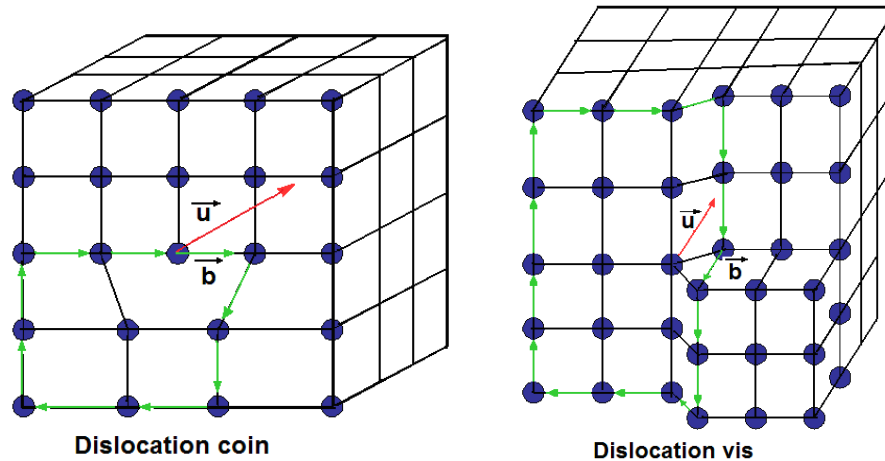


Figure I.3.3 Représentation d'une dislocation vis et d'une dislocation coin (\vec{b} est le vecteur de Burgers de la dislocation et \vec{u} est le vecteur unité de la ligne de dislocation).

Le plan de glissement d'une dislocation coin est unique et défini par la direction de la ligne de dislocation et la direction du vecteur de Burgers. Au contraire, la dislocation vis possède plusieurs plans de glissement puisque sa ligne de dislocation et son vecteur de Burgers sont parallèles. Au cours d'une déformation, elle peut changer de plan de glissement (Figure I.3.4). On parle de glissement dévié. Le système primaire (premier plan de glissement de la dislocation) et le système dévié ont la même direction de glissement mais des plans de glissement différents. Cette possibilité n'existe que pour les dislocations vis.

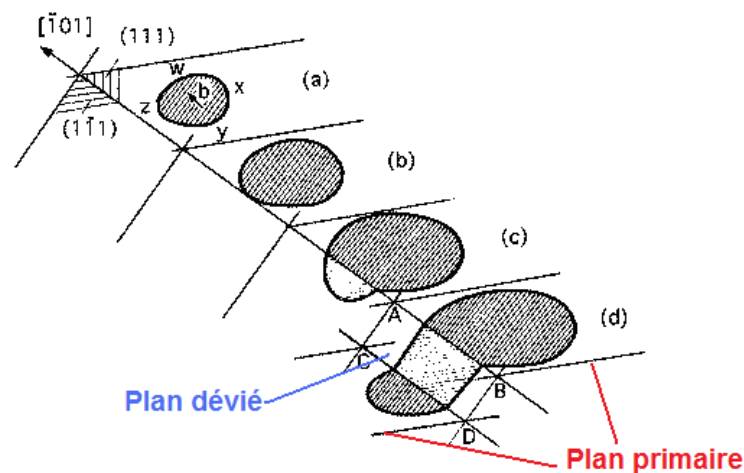


Figure I.3.4. Schéma du glissement dévié pour les segments vis d'une boucle de dislocation.

I.3.1.3 Traces de glissement sur la surface des éprouvettes

Les observations de la surface d'un échantillon métallique polycristallin déformé plastiquement montrent la présence de lignes de glissement, souvent regroupées en bandes appelées bandes de glissement (Figure I.3.5). Elles sont l'expression de marches créées à la surface par l'émergence de dislocations permettant le glissement du plan.

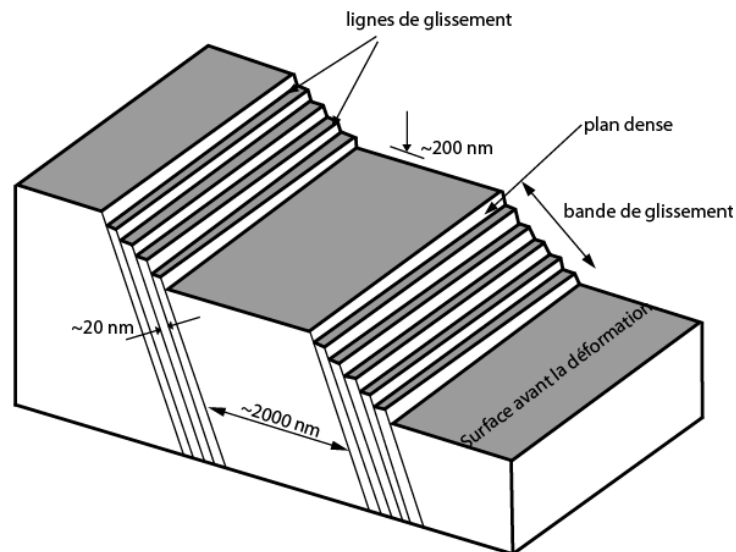


Figure I.3.5. Schéma de la surface d'un cristal présentant plusieurs lignes de glissement associées en bandes.

I.3.2 Déformation recouvrable et déformation irréversible

Avant de poursuivre sur les mécanismes de plasticité, nous précisons le sens donné aux mots « réversible » et « irréversible » quand ils qualifient la déformation. L'opposition entre la déformation élastique et la déformation plastique mentionnée dans le paragraphe I.3.1.1 concerne la nature permanente ou non (recouvrable) de la déformation après le relâchement de la contrainte appliquée. D'un point de vue thermodynamique, on peut associer ces deux déformations à deux transformations. Une déformation élastique est associée à une transformation réversible à la fois géométriquement et thermodynamiquement. Dit autrement, elle est recouvrable et ne donne pas lieu à de perte d'énergie. On parle de déformation réversible. La déformation plastique, au contraire, donne lieu à une transformation irréversible aux sens géométrique et thermodynamique. Elle est non recouvrable et se produit avec une perte d'énergie.

I.3.3 Mécanismes de déformation en plasticité cyclique dans le régime HCF

I.3.3.1 Glissement « réversible » et glissement « irréversible » au cours d'un cycle

Dans le cas d'un chargement cyclique, le glissement cristallographique se produit dans un sens au 1^{er} quart de cycle (traction) puis en sens opposé dans le 3^e quart de cycle (compression) (Figure I.3.6). La marche sur la surface créée au 1^{er} quart de cycle est effacée par le glissement inverse au 3^e quart. Aucune ligne de glissement n'est alors visible après un cycle. Le glissement est dit « réversible » car recouvrable géométriquement. Il n'est cependant pas réversible thermodynamiquement car il a donné lieu à une dissipation d'énergie. La présence de traces de glissement à la surface des éprouvettes montre que le scénario décrit précédemment n'est pas vérifié expérimentalement. Ainsi, une part du glissement est « irréversible », non totalement recouvrable après un cycle. On parle alors d'« irréversibilité » du glissement comme indiqué sur la figure I.2.4. C'est un abus de langage mais communément utilisé dans la communauté des mécaniciens. Dans la suite du travail, nous emploierons donc le terme de glissement « réversible » ou « irréversible » au sens de recouvrable ou non recouvrable après un cycle. Mais nous n'oublierons pas que le glissement cristallographique est toujours « irréversible » au sens thermodynamique. Un des objectifs de la thèse est bien d'utiliser sa signature dissipative pour caractériser les mécanismes de glissement.

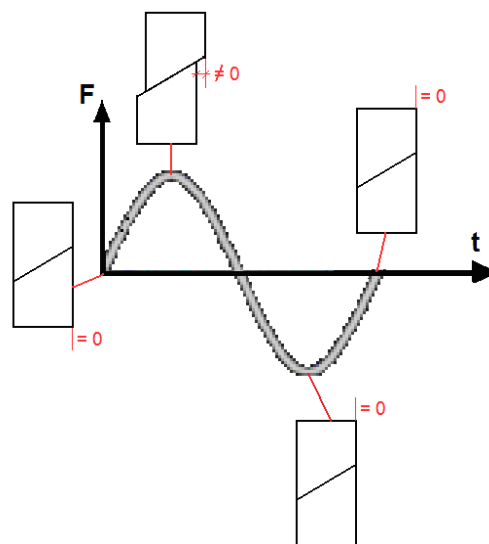


Figure I.3.6 : Représentation schématisée du glissement « réversible » au sens du glissement recouvrable après un cycle.

Comme déjà mentionné, les bandes de glissement qui sont observables en surface après relâchement des contraintes sont donc le signe de glissement irréversible lors de sollicitations cycliques. Elles sont appelées « persistantes » pour indiquer qu'elles apparaissent toujours au même endroit sur la surface d'une éprouvette même après les avoir enlevées par polissage. Autrement dit, ces bandes sont toujours actives au cours des cycles et proviennent de glissement en profondeur sous la surface de l'éprouvette.

Mécanismes d'irréversibilité du glissement

Il existe plusieurs approches pour expliquer l'irréversibilité du glissement et la formation du relief en surface dans les cristaux cubiques à faces centrées sollicités en fatigue. On peut distinguer les approches mettant en jeu les dislocations seules et celles combinant le rôle des dislocations et des défauts ponctuels et en particulier celui des lacunes.

Cottrell et Hull [Cottrell 57], Wood [Wood 58] puis Watt [Watt 66] développèrent les premiers modèles basés sur le mouvement des dislocations. Les dislocations qui émergent à la surface « s'échappent » et de ce fait, ne peuvent suivre le chemin retour lors de l'inversion de la sollicitation. Plus récemment, Déprès et al [Déprès 04a ; 04b ; 06] ont simulé la formation d'extrusions et d'intrusions par dynamique discrète des dislocations. Le rôle clé du glissement dévié sur le réarrangement des dislocations et la localisation de la déformation a été mis en évidence. Ces phénomènes contribuent à la non réversibilité du glissement. Dit de manière « simpliste », une dislocation vis qui se déplace sur un plan de glissement lors de la phase de traction d'un cycle ne se déplacera pas dans le sens opposé dans le même plan si elle a dévié. Le glissement du premier plan est donc non totalement recouvert à la fin du cycle. Par ailleurs, le glissement dévié contribue fortement au réarrangement des dislocations en favorisant l'annihilation des dislocations et la formation de dipôles. Ces réarrangements contribuent également à la non réversibilité du glissement. Notons que la non réversibilité du glissement est fortement lié à la localisation de la déformation plastique en bandes de glissement ou PSBs.

Des mesures de résistivité [Polak, 70 et 87a] ont mis en évidence la production et l'annihilation de défauts ponctuels induits par le réarrangement des dislocations lors de la déformation cyclique. Ces résultats ont suggéré le rôle possible de ces défauts sur la formation du relief en surface donnant lieu aux approches combinant le rôle des dislocations et des défauts ponctuels. Essman, Gösele et Mughrabi [Essman 81] ont proposé le premier modèle (modèle dit

EMG) prenant en compte les défauts ponctuels dans la formation des extrusions. Il est illustré sur la figure 1.3.7. L'annihilation des dislocations notamment coins produit des lacunes (Fig. 1.3.7 (a) (b)). Les dislocations coins de signe opposé tapissent les bords de la PSB (plan AB et plan A'B' des figures 1.3.7 (c) (d)). Lors de la phase de traction, les dislocations en A et A' sortent du cristal alors que lors de la phase de compression, ce sont les dislocations en B et B' conduisant à la formation d'extrusion sur chaque face du cristal (Fig. 1.3.7 (d)). Ce modèle ne prend en compte que la création des défauts au sein de la PSB et de manière statique. Une extension du modèle EGM a été proposée par Polak [Polak 87b] puis Polak et Sauzay [Polak 09]. Ce modèle prend en compte la diffusion thermiquement activée des lacunes dans la matrix. Conformément aux observations expérimentales [Hunsche 86], plusieurs PSBs adjacentes sont considérées. Elles forment une « macro-PSB » (Fig. I.3.8). Une partie des lacunes sont attrapées par les dislocations coins aux interfaces entre la PSB et la matrix formant des intrusions (Fig. I.3.8 et I.3.9). Les lacunes produites ne sont pas toutes absorbées par la matrix et la concentration en lacune reste élevée à l'intérieur des PSBs (Fig. I.3.8). En parallèle, des atomes diffusent de la matrix vers la PSB. Ce transport de masse contribue à la croissance de l'extrusion.

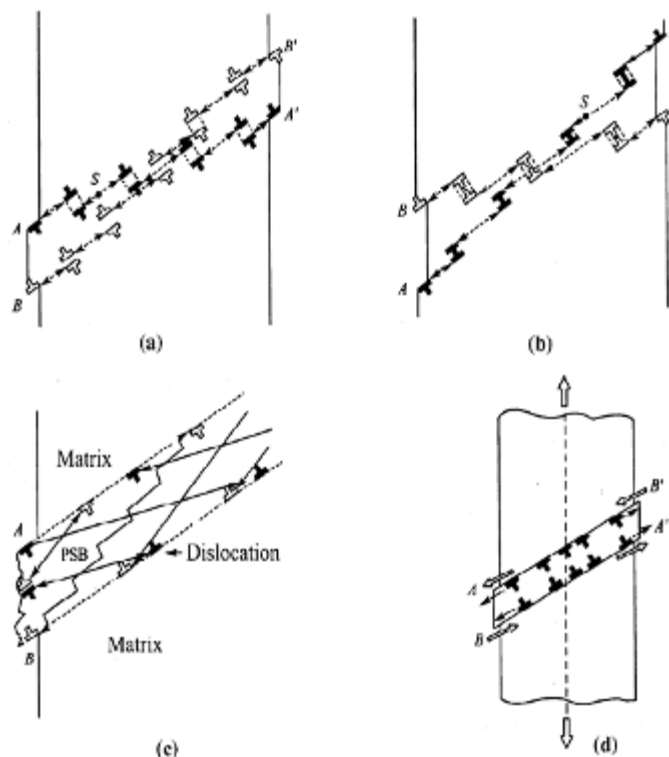


Figure I.3.7. Illustration de la localisation de la déformation plastique et glissement irréversible des PSBs sur la fatigue du cuivre monocristal [Essmann 81]

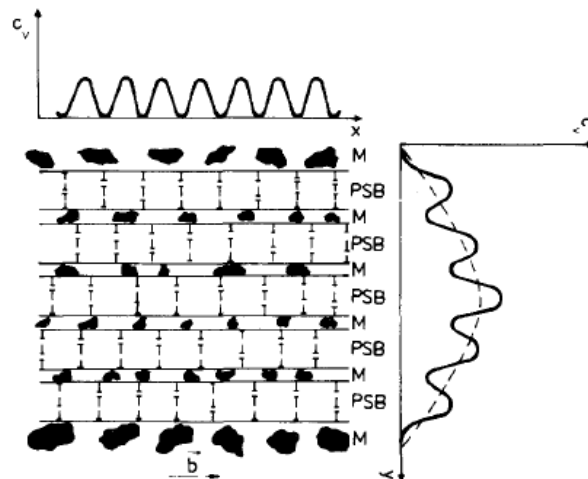


Figure I.3.8 : Représentation schématique de PSBs adjacentes formant une « macro-PSB » et évolution de la concentration de lacunes selon les directions x et y [Polak 87b]

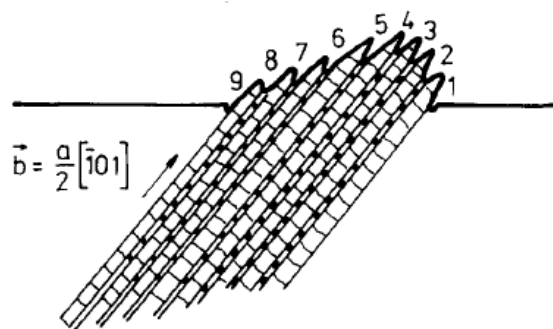


Figure I.3.9 : Représentation schématique du relief d'une extrusion liée à la formation d'une « macro-PSB » [Polak 87b]

La non réversibilité du glissement peut être due également à l'adsorption d'éléments fragilisant comme l'hydrogène ou à l'oxydation des marches laissées à la surface par le glissement [Neumann 83]. Il faut noter que l'environnement joue aussi un rôle important à l'irréversibilité du glissement. Plusieurs preuves expérimentaux de l'effet de l'environnement à la durée de vie en fatigue [Gough 32] [Thompson 56] et ainsi que des modèles d'amorçage des fissures en fatigue due à l'interaction du glissement avec l'environnement [Thompson 56] [Neumann 83] sont rapportés. Dans cette étude, nous ne considérons pas l'effet de l'environnement. La majorité des modèles de déformation plastique sont basés sur le réarrangement des dislocations au cours de cycles. Il est donc important de comprendre les structures de dislocations qui se forment au cours des cycles. C'est l'objet du paragraphe suivant.

I.3.3.2 Structures de dislocations en fatigue

L'aspect des lignes de glissement et les structures de dislocations associées dépendent de nombreux facteurs comme le mode de chargement (monotone ou cyclique, uniaxial ou multiaxial...), la structure cristallographique, l'orientation cristallographique par rapport aux chargements mécaniques, la température, la vitesse et le taux de déformation, etc.

L'orientation du cristal est l'un des facteurs les plus importants sur les comportements de déformation cycliques des matériaux c.f.c. cristallins. Lorsque le cristal est orienté par rapport à la direction de traction-compression tel qu'un seul système de glissement s'active, le comportement cyclique est similaire pour toutes les orientations. En revanche, lorsqu'il est orienté tel que deux ou plusieurs systèmes de glissement s'activent (sur les bords et les coins du triangle standard, Figure I.3.10), des structures de dislocations très différentes sont observées entraînant des comportements cycliques différents [Mughrabi 79], [Winter 80], [Laird 86] [Li 10].

La dépendance de la structure de dislocation à l'orientation cristalline se divise en 3 régions sur le triangle standard : la région $[0\ 1\ 1]$, la région $[0\ 0\ 1]$ et la région $[1\ 1\ 1]$ (Figure I.3.10). La structure en murs et en échelle - structure classique des PSB - apparaît dans la région $[0\ 1\ 1]$. Dans la région $[0\ 0\ 1]$, la structure en labyrinthe est formée facilement. Dans la région $[1\ 1\ 1]$, la structure en veine pour une faible amplitude de déformation et la structure cellulaire ou structure en murs pour une forte amplitude de déformation sont souvent observées [Li 10]. Comme montré sur la figure I.3.10, la structure en échelle dans le cuivre monocristallin est observée dans le cas du glissement simple, de double systèmes-conjugués et de multi-système de $[0\ 1\ 1]$. Quand l'orientation de cuivre monocristal change de $[0\ 1\ 1]$ à $[0\ 0\ 1]$ dans le triangle standard, la structure de dislocations correspondantes varie de la structure en échelles à la structure en labyrinthe. Et lorsque l'orientation change de $[0\ 1\ 1]$ à $[1\ 1\ 1]$, la structure en échelle sera progressivement transformée en structure cellulaire.

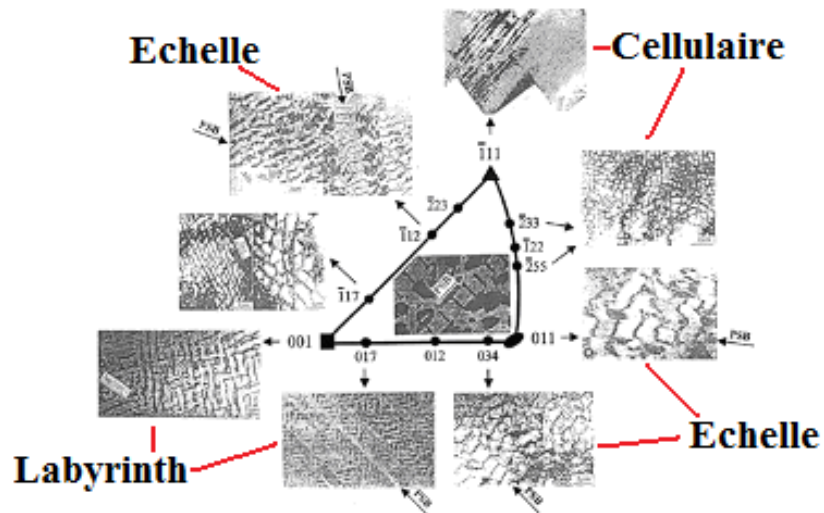


Figure I.3.10 Configurations de dislocations de monocristaux de cuivre avec différents orientations [Li 10].

Plusieurs observations expérimentales ont montré que les structures de dislocation précédemment présentées existent aussi dans le cas d'un polycristal de cuivre. La figure I.3.11 présente les structures de dislocations typiques observées dans du cuivre polycristallin sollicité en fatigue.

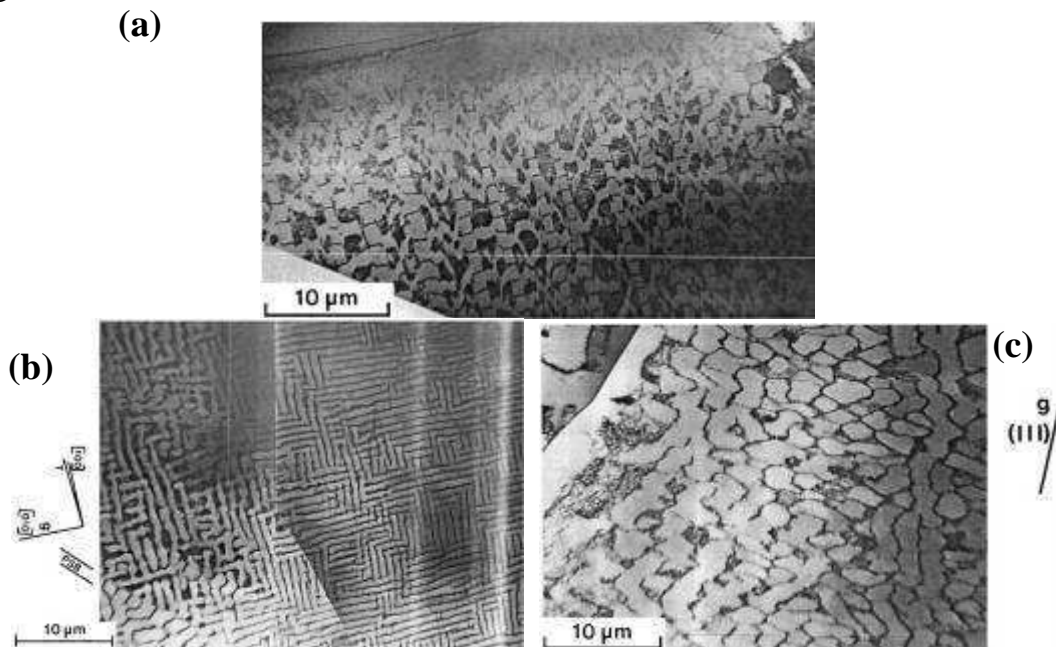


Figure I.3.11 Structures de dislocations typiques dans dans un polycristal de cuivre sollicité en fatigue (a) Structure en échelle dans les PSB et structure en veine dans la matrice

(b) Structure en labyrinthe (c) Structure cellulaire

[Rasmussen 80], [Pedersen 82], [Kuokkala 82], [Zhang 08]

L'évolution des structures de dislocations en fonction de l'amplitude de déformation plastique dans le cuivre monocristal orienté pour avoir un seul système de glissement actif est représentée dans la Figure I.3.12. La courbe cisssion résolue-glissement plastique est obtenue à saturation c'est-à-dire que, lors d'un essai à glissement plastique imposé, la cisssion résolue n'évolue plus avec le nombre de cycles (il n'y a plus ni de durcissement, ni d'adoucissement cyclique). Elle est appelée courbe cyclique à saturation (Cyclic Stress-Strain - CSS) et est présentée avec les structures de dislocation typiques observées sous les bandes de glissement dans les trois régimes différents. Dans le régime A, la cisssion résolue augmente rapidement en fonction de la déformation plastique et la structure de dislocation formée est appelée "loop patches". Dans le régime B, des bandes de glissement persistantes (PSB), qui ont une structure de dislocations en échelle, ont été obtenues. La cisssion résolue dans ce régime reste constante avec la déformation plastique. Elle est égale à 28 MPa dans le cuivre. Entre le début et la fin du régime B, la fraction volumique de PSB augment produisant un accroissement du glissement plastique. Il faut noter que le rapport τ_{plateau}/G est identique pour un métal pur. La structure de dislocation cellulaire est formée dans le régime C où la déformation plastique est la plus élevée.

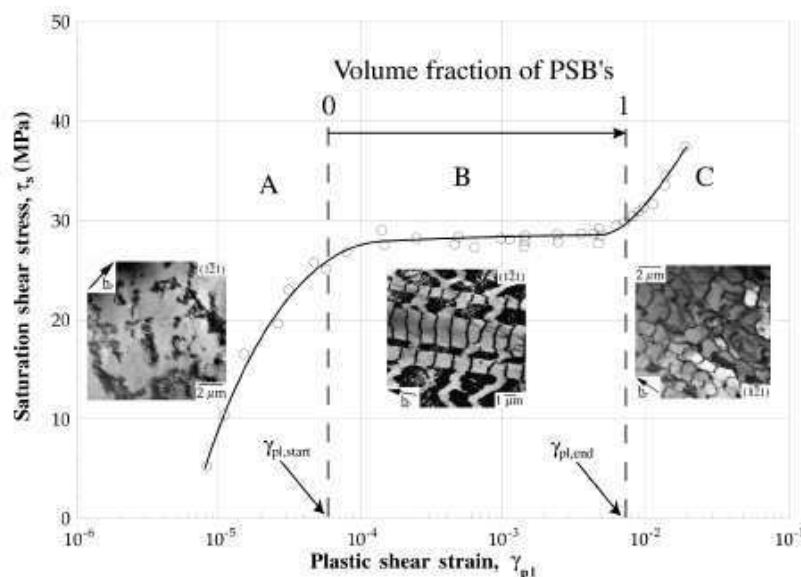


Figure I.3.12 Courbe CSS dans le cuivre monocristal orienté pour avoir un seul système de glissement actif [Mughrabi 78]

- a) « Loop Patches » : La structure de dislocations dans le régime A est formée de taches denses et irrégulières de dislocations. Ces taches sont composées de dipôles formés de dislocations coins primaires. Ces « loop patches » sont séparés par des régions de faible densité de dislocations qui sont appelées des « canaux ». La combinaison des « loop

patches » et des « canaux » est souvent appelée structure en veine. Les dipôles se forment selon plusieurs mécanismes: (i) piégeage aléatoire des dislocations coins qui glissent dans des plans parallèles, et (ii) double glissement dévié des segments vis des boucles de dislocation [Laird 96] (Figure I.3.13). Une vue en 3-D de la structure de dislocation en « loop patches » est représenté dans la figure I.3.14.

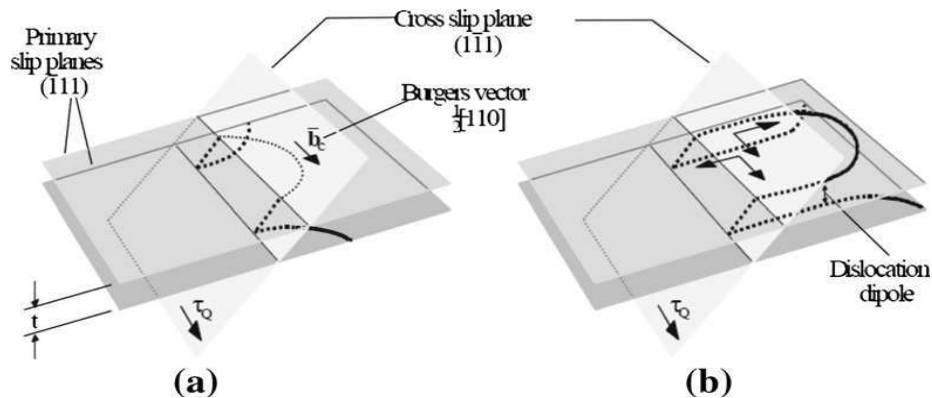


Figure I.3.13 (a) Propagation par double glissement dévié de dislocations vis
(b) Formation de dipôle par un double glissement dévié [Li 11]

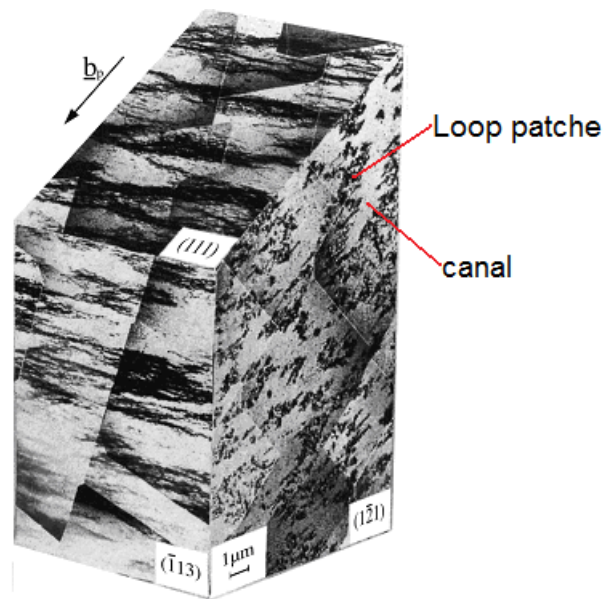


Figure I.3.14 Montages en 3D de la structure de dislocation en veine
qui se compose des « loop patches » et des « canaux » [Laird 86]

Les dislocations coins piégées dans un dipôle sont à l'équilibre positionnées à 45° l'une de l'autre. Lorsque la cisson résolue varie cycliquement, elles peuvent passer d'une position d'équilibre à l'autre dans un mouvement de va-et-vient. Les canaux se déforment en même temps que les « loop patches » mais avec un mécanisme différent: la déformation est produite par un mouvement aller-retour des dislocations vis. La

déformation des « loop patches » et des canaux ensemble expliquent pourquoi dans le régime A la déformation est uniforme. Ces mécanismes engendrent un état d'équilibre dynamique produisant de la déformation plastique sans augmentation de la densité de dislocations. Lorsque la déformation plastique augmente, les « loop patches » contiennent de plus en plus de dislocations de systèmes secondaires qui gênent la mise en place des mécanismes précédents et ces structures de dislocations n'arrivent plus à accommoder la déformation plastique. Ainsi, dans le régime B, les « loop patches » se transforment en structure de PSB plus aptes à accommoder la déformation plastique.

- b) PSB : Les PSB traversent les grains (Figure I.3.15 (a)) et présentent des structures de dislocations typiques, dites en échelle, où les barreaux sont des murs de dislocations (Figure I.3.15 (b) et (c)). Ces murs sont constitués de dipôles de dislocations coins. Les structures en échelle sont séparées par une matrice contenant des « loop patches » et des canaux. Pour former ces structures en échelle, la structure en veine formée de « loop patches » et de canaux se rompt localement pour donner naissance à des murs de dislocation de densité de dislocation plus élevée (Figure I.3.16).

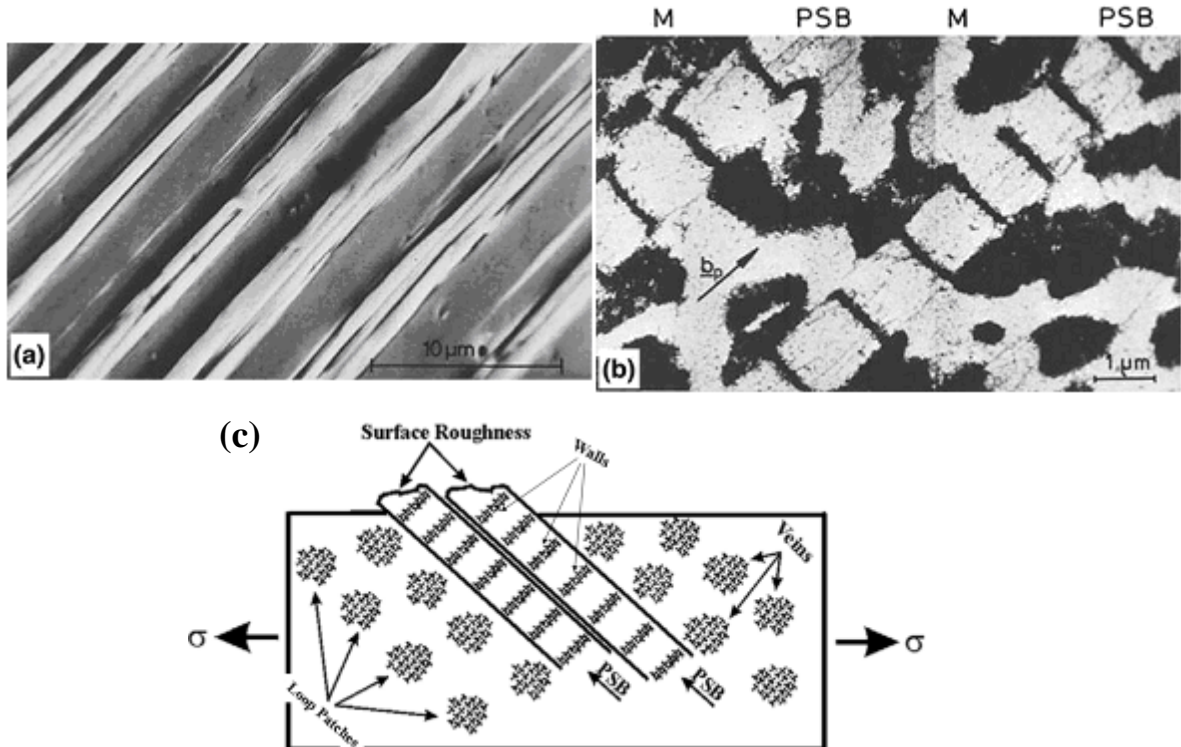


Figure I.3.15 (a) Relief de la surface des PSB en cuivre - image SEM ;

(b) TEM micrographie de PSB avec une structure en échelle [Mughrabi 84]

(c) Illustration de la structure en échelle de PSB et structure en veines de la matrice

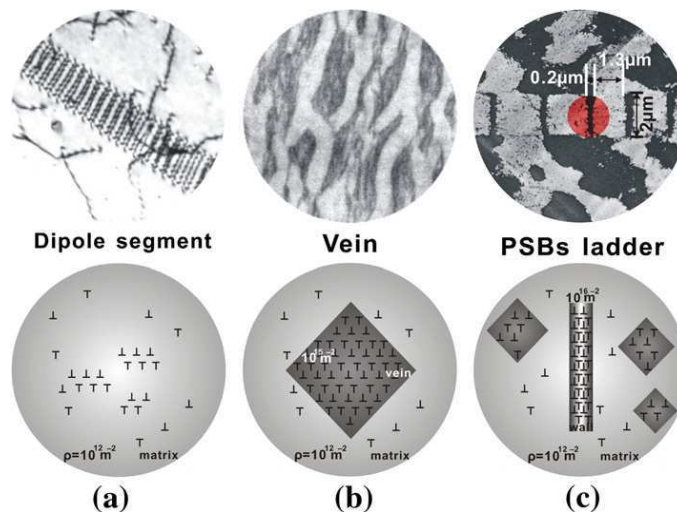


Figure I.3.16. Processus d'évolution d'arrangement de dislocation

(a) segment dipôle; (b) structure en veine et (c) structure en échelle de PSB [Li 11]

L'arrangement des dislocations en 3D sur le cuivre monocristallin présentant les structures en échelle et la matrice autour composée d'une structure en veine est illustré sur la Figure I.3.17.



Figure I.3.17. Montage 3-D par MET de structures en échelle des PSB et de structure en veine de la matrice dans du cuivre monocristallin correspondant à la région B de la courbe CSS $\gamma_{pl}=1.5 \times 10^{-3}$, $\tau_s=28$ MPa) [Mughrabi 79]

Contrairement à la structure en veine, la structure en échelle ne produit pas une déformation uniforme à l'intérieur de la PSB. La déformation est localisée à l'interface entre la PSB et la matrice. Etant donné le caractère irréversible de cette déformation, des

extrusions et intrusions apparaissent en surface de l'éprouvette (Figure I.3.15) pouvant conduire à l'amorçage de fissures, comme déjà discuté.

- (c) Structure cellulaire : L'activation de glissement multiple dans le régime C conduit à la décomposition de la structure en échelle des PSB en une structure cellulaire. Un montage en 3-D de la structure cellulaire dans le cuivre monocristal est présenté sur la Figure I.3.18. La déformation plastique dans le régime C est déjà très importante. Elle est hors de la gamme de déformation du régime VHCF étudié.

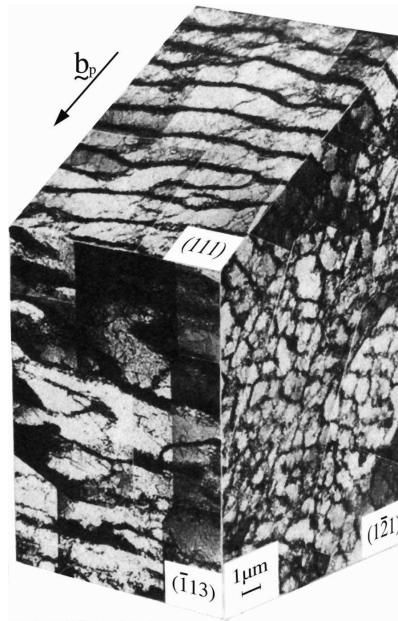


Figure I.3.18. Montage 3-D par MET d'une structure de dislocation cellulaire correspondant au régime C de la courbe CSS du cuivre monocristallin $\gamma_{pl} = 1.45 \times 10^{-2}$ [Laird 86].

La courbe CSS du cuivre polycristallin a été également établie par Mughrabi et Wang [Mughrabi 81]. Elle est divisée en quatre régimes, I, II, III et IV (Figure I.3.19). Dans le régime I, la plasticité cyclique se compose principalement d'un seul système de glissement actif pour former des dislocations dipôles et des structures en veines. Dans le régime II, lorsque la déformation plastique est plus importante et la gamme de contrainte est dans l'intervalle [64 MPa – 96 MPa], les dislocations dipôles sont détruites et donnent naissance à une structure en échelle, typique des PSB. Dans le régime III, le cuivre polycristallin présente principalement plusieurs systèmes de glissement actifs. La structure de dislocation observée est cellulaire. Le régime IV correspond aux amplitudes de déformation très fortes. Le comportement en fatigue dans ce régime est rarement étudié.

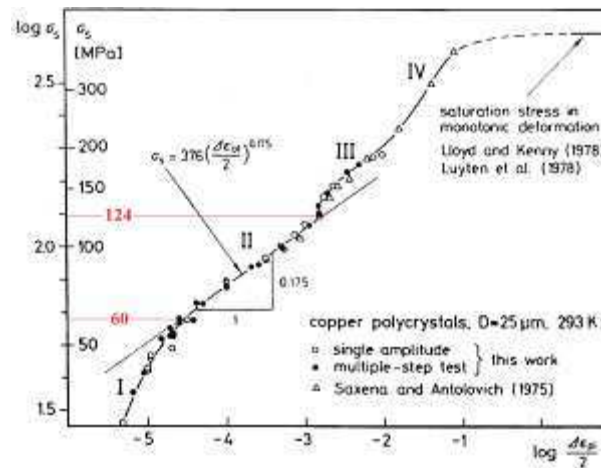


Figure I.3.19 La courbe de la cission cyclique saturée en fonction de la déformation plastique (Cyclic Stress-Strain CSS) dans le cuivre polycristallin [Mughrabi 81]

En résumé, le seuil de PSB dans le cuivre monocristal est déterminé à $\tau = 28$ MPa, correspondant à une amplitude de déformation plastique de $\gamma_{pl} = 6.5 \times 10^{-5}$ à $\gamma_{pl} = 7.5 \times 10^{-3}$ (Figure I.3.9) [Mughrabi 78]. Pour le cuivre polycristallin, la formation de la structure en échelle, typique des PSB, correspond à l'intervalle d'amplitude de contrainte $\sigma_s = [60 \text{ MPa} - 124 \text{ MPa}]$ ($\Delta\epsilon_{pl}/2 = [2.7 \times 10^{-5} - 1.46 \times 10^{-3}]$) (Figure I.3.16) [Mughrabi 81]. Nous rappelons que le seuil de formation des PSB (en amplitude de contrainte ou de déformation plastique) est associé à la limite de fatigue conventionnelle.

I.4 Fatigue à très grand nombre de cycles VHCF

I.4.1 Machines d'essais de fatigue

Les études de la fatigue dans le régime LCF et HCF sont menées souvent en utilisant une machine servo-hydraulique où la fréquence est inférieure à 200 Hz. En 1950, Mason a mis au point la première machine de fatigue ultrasonique capable de travailler à des fréquences de 20 kHz. Cette première machine a servi de base à la conception des machines ultrasoniques utilisées de nos jours. D'un point de vue industriel, les essais de fatigue ultrasoniques sont très intéressants car ils permettent d'une part de connaître très rapidement la réponse d'un matériau sollicité en fatigue à grand nombre cycles (Tableau I.4.1) et d'autre part d'explorer des gammes de nombre de cycles très étendues : jusqu'à 10^{11} cycles. On distingue donc la fatigue dite conventionnelle où l'on travaille à basse fréquence (centaine de Hz) jusqu'à 10^7 cycles et la fatigue ultrasonique où l'on travaille à haute fréquence (19-20 kHz) dans une gamme de cycles de 10^6 à 10^{11} cycles. Dans cette étude, une machine de fatigue ultrasonique est utilisée.

Tableau I.4.1 Durée d'essais de fatigue en utilisant une machine conventionnelle et une technique ultrasonique

| | N = 10 ⁷ cycles | N = 10 ¹⁰ cycles | N = 10 ¹¹ cycles |
|-----------|----------------------------|-----------------------------|-----------------------------|
| 100 Hz | ~ 1 jour | ~ 1158 jours (3 ans) | ~ 31 ans |
| 20 000 Hz | 500 s | ~ 6 jours | ~ 58 jours (2 mois) |

A une fréquence élevée de 20 kHz, l'essai de fatigue ultrasonique permet d'atteindre le régime de fatigue à très grand nombre de cycles avec une durée raisonnable. Des études de la fatigue à très grand nombre de cycles sur du cuivre pur ont été rapportées dans la littérature [Stanzl-Tschegg 07], [Weidner 09], [Stanzl-Tschegg 10]. La figure I.4.1 présente la courbe S-N expérimentale du cuivre pur en régime VHCF obtenue par la technique ultrasonique. On constate une assez grande dispersion des résultats. Pour des faibles amplitudes de déformation plastique de 2.1 à 5.3×10^{-5} ($\Delta\sigma/2 \sim 95-107$ MPa), la rupture est atteinte entre 1×10^7 et 1×10^8 cycles. Ce résultat prouve que la valeur $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 2.5 \times 10^{-5}$, n'est pas une vraie limite de fatigue puisqu'on observe la rupture des éprouvettes à des amplitudes de déformation plastique inférieures à cette valeur. Dans la suite, nous appellerons la valeur de $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 2.5 \times 10^{-5}$ le seuil de fatigue conventionnel. Pour les essais aux amplitudes de déformation plastique (ou contrainte) encore plus faibles, la courbe SN décroît légèrement sans tendre vers une asymptote clairement marquée. N'ayant pas observé de rupture d'éprouvette à $\Delta\sigma/2 = 92.2$ MPa à 1×10^{10} cycles, les auteurs ont considéré cette valeur d'amplitude de contrainte comme « limite de fatigue à 1×10^{10} cycles ». La question de l'existence d'une réelle limite de fatigue reste toujours posée.

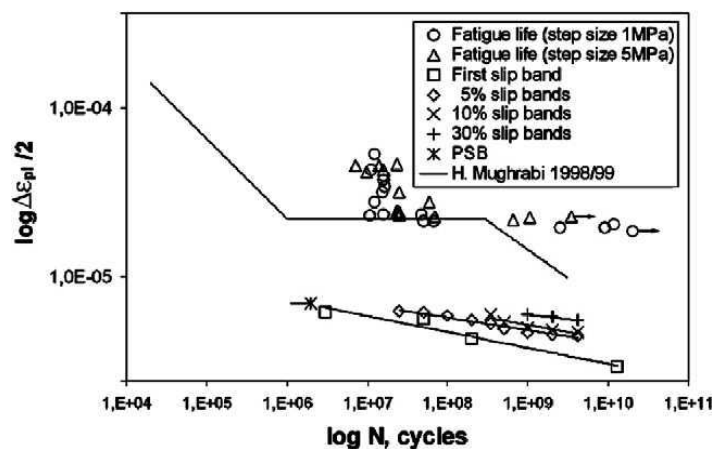


Figure I.4.1 Durée de vie de fatigue obtenue lors d'essais de fatigue sur machine ultrasonique :

Cercles and triangles [Stanzl-Tschegg 07].

Ligne: prédiction selon le modèle de Mughrabi [Mughrabi 99]

I.4.2 Microplasticité dans le régime VHCF en fatigue ultrasonique

Lors de chargement d'amplitudes inférieures au « seuil conventionnel » des PSB, la rupture en fatigue a été observée après un nombre de cycles supérieurs à 10^7 (régime VHCF). De manière similaire à ce qui se produit dans le régime HCF, Mughrabi [Mughrabi 06a] a proposé que le développement de la rugosité observé en surface soit à l'origine de l'amorçage de fissures (Figure I.4.2) Même aux très faibles amplitudes de contrainte, du glissement cristallographique a lieu et une part de ce glissement est irréversible. Cette part d'irréversibilité est cependant très faible et diminue avec une diminution de l'amplitude de contrainte. L'accumulation de cette faible irréversibilité produit une rugosité de surface. Si un état critique de rugosité de la surface est atteint, les concentrations de contraintes au niveau de certaines bandes de glissement sont suffisamment fortes pour permettre la formation de PSB puis amorcer des fissures.. Certaines fissures se propagent et entraînent la rupture finale de l'éprouvette. La rupture par fatigue peut ainsi se produire à des niveaux de contrainte bien au-dessous de la limite de fatigue conventionnelle après un très grand nombre de cycles.

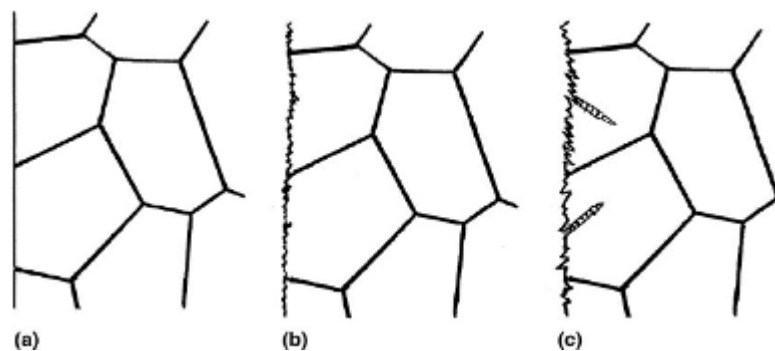


Figure I.4.2 : Mécanisme de la rupture en fatigue pour des chargements inférieurs au « seuil des PSB conventionnel » (a) état initial, (b) formation d'une rugosité de surface et (c) formation PSB, qui sera suivie de l'amorçage de fissures [Mughrabi 06].

Seuil de PSB

Pour identifier le seuil de formation des PSB, Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 07] propose que ce seuil soit égal à l'amplitude de contrainte ou de déformation plastique pour laquelle les premières bandes de glissement apparaissent en surface au bout de 2×10^6 cycles. Ce critère vient du fait qu'en fatigue conventionnelle, la limite de fatigue, associée au seuil de formation des PSB correspond à un nombre de cycles d'environ $10^6 - 10^7$ cycles. Selon ce critère, les études réalisées dans le régime VHCF montrent que des premières bandes de glissement

persistantes sont formées sur la surface de l'éprouvette à $\Delta\varepsilon_{tot}/2 = 4.88 \times 10^{-4}$; $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 6.1 \times 10^{-6}$; $\Delta\sigma/2 = 63$ MPa. Les valeurs d'amplitude de déformation plastique sont donc inférieures aux seuils déterminées par les essais sur machine conventionnelle. Par ailleurs, ce seuil de PSB ne correspond pas à une limite de fatigue au sens de la rupture puisque pour un nombre de cycles de l'ordre de $10^6 - 10^7$, les déformations plastiques (et donc aussi les contraintes) à rupture sont nettement plus élevées (Figure I.4.1). On peut en conclure que la détermination d'un seuil associé à un nombre de cycle de $10^6 - 10^7$ cycles est basée sur un critère arbitraire non relié à des phénomènes physiques. La détermination d'un seuil est en fait complexe car les études en régime VHCF montrent que la formation des premières bandes de glissement dépend non seulement de l'amplitude de contrainte mais aussi du nombre de cycles. A une amplitude de contrainte plus faible, il faut un nombre de cycles plus grand pour former les premières bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette. Ainsi, Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 10] ont déterminé un nouveau seuil d'apparition des premières bandes de glissement persistantes : 45 MPa à 2.7×10^8 cycles. La persistance des bandes a été vérifiée en polissant la surface de l'éprouvette sollicitée puis en la sollicitant de nouveau. Les bandes sont observées aux mêmes endroits. Par ailleurs, les observations des structures de dislocations sous ces bandes révèlent des structures organisées de type échelle, caractéristique des PSB, même si ces structures en échelle ne sont pas encore bien formées. Pour ces raisons, le seuil a été nommé « seuil de PSB – VHCF ».

Néanmoins, des bandes apparaissent encore à des amplitudes de contrainte plus faibles et des nombres de cycles plus élevés. La figure I.4.3 montre l'évolution du nombre de cycles nécessaire à la formation des premières bandes de glissement en fonction de l'amplitude de la contrainte appliquée [Stanzl-Tschegg 07]. On constate que des premières bandes sont observées à une amplitude de contrainte de 34 MPa après 1.1×10^{10} cycles. La persistance de ces bandes n'a pas été vérifiée mais les structures de dislocation sous ces bandes ne sont pas de type échelle. Pour cette raison, Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 07] ont qualifié ces bandes de « Slip Bands (SB) » et non de PSB.

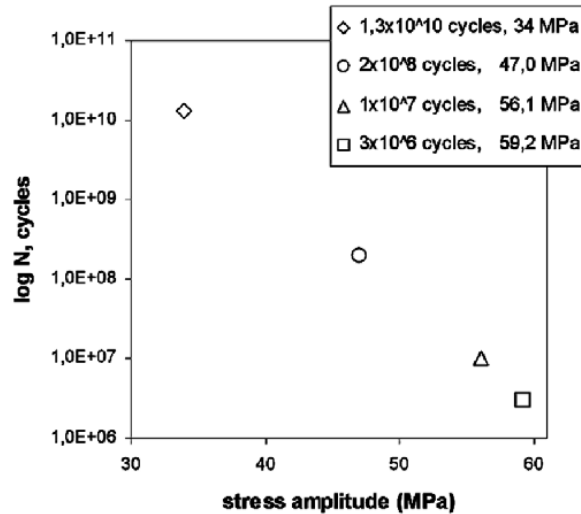


Figure I.4.3 Nombre de cycles nécessaire pour former des premières bandes de glissement lors d'essais de fatigue sur technique ultrasonique [Stanzl-Tschegg 07]

Après l'apparition des premières bandes, la quantité de bandes et le nombre de grains plastifiés augmente avec le nombre de cycles. La figure I.4.4 présente l'évolution du nombre de grains contenant des bandes de glissement en fonction du nombre de cycles à 3 niveaux d'amplitude de contrainte $\Delta\sigma/2 = 59.2$ MPa ; $\Delta\sigma/2 = 56.1$ MPa et $\Delta\sigma/2 = 47$ MPa. On retrouve le fait qu'à une amplitude de contrainte plus forte, les premières bandes de glissement sont observées à un plus faible nombre de cycles. Au même nombre de cycles, le nombre de grains contenant des bandes de glissement est plus élevé pour une amplitude de contrainte plus grande. Le nombre de grains plastifiés augmente avec le nombre de cycles.

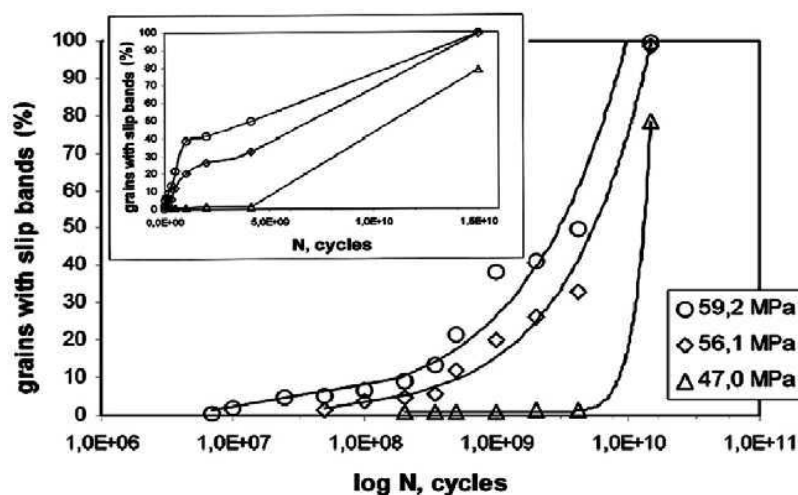


Figure I.4.4 Evolution du nombre de grains qui contiennent des bandes de glissement en fonction du nombre de cycles à 3 niveaux de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma/2 = 59.2$ MPa ; $\Delta\sigma/2 = 56.1$ MPa et $\Delta\sigma/2 = 47$ MPa [Stanzl-Tschegg 07]

Le nombre de bandes de glissement et de grains plastifiés augmentent donc avec l'amplitude de contrainte et le nombre de cycles. Néanmoins, même si les bandes de glissement couvrent complètement la surface d'éprouvette, elles n'entraînent pas forcément la rupture. La figure I.4.5 montre une image en microscope optique de la surface d'une éprouvette après chargement $\Delta\sigma/2 = 61.1$ MPa à 1.5×10^{10} cycles. La surface de l'éprouvette est presque entièrement couverte par des bandes de glissement. Cependant, la rupture ne s'est pas produite à 1.5×10^{10} cycles. La question de la rupture de l'éprouvette après un nombre de cycles encore plus grand reste en suspens et nécessite d'effectuer des essais longs, ce qui limite les études systématiques



Figure I.4.5 Image de la surface de l'éprouvette à $\Delta\sigma/2 = 61.1$ MPa 1.5×10^{10} cycles

[Stanzl-Tschegg 07]

Rugosité de la surface

L'évolution de la rugosité de la surface peut donner des indications sur le risque de fissuration et donc de rupture d'une éprouvette. Elle a été caractérisée par MEB et AFM au cours d'essais à des amplitudes de contrainte / déformation bien plus faibles que la limite de fatigue à 1×10^{10} cycles [Stanzl-Tschegg 07]. La figure I.4.6 présente l'évolution du profil de hauteur d'une bande de glissement à $\Delta\sigma/2 = 62.6$ MPa après 5×10^7 et 5×10^8 cycles. La rugosité moyenne de la surface est de 112 nm après 5×10^7 et elle augmente à 165 nm après 10^8 cycles. La hauteur du pic noté « 3 » (mesurée en calculant la différence entre les valeurs maximale et minimale associées au pic) augmente d'environ 80 nm à 200 nm entre 5×10^7 et 5×10^8 cycles. Ainsi les bandes présentent des extrusions plus hautes et des intrusions plus profondes avec le nombre de cycles. Elles sont mieux structurées révélant un réarrangement des dislocations dans les bandes. On peut donc s'attendre, au cours du cyclage, à une localisation de la déformation de plus en plus marquée et l'apparition de sites d'amorçage de fissure.

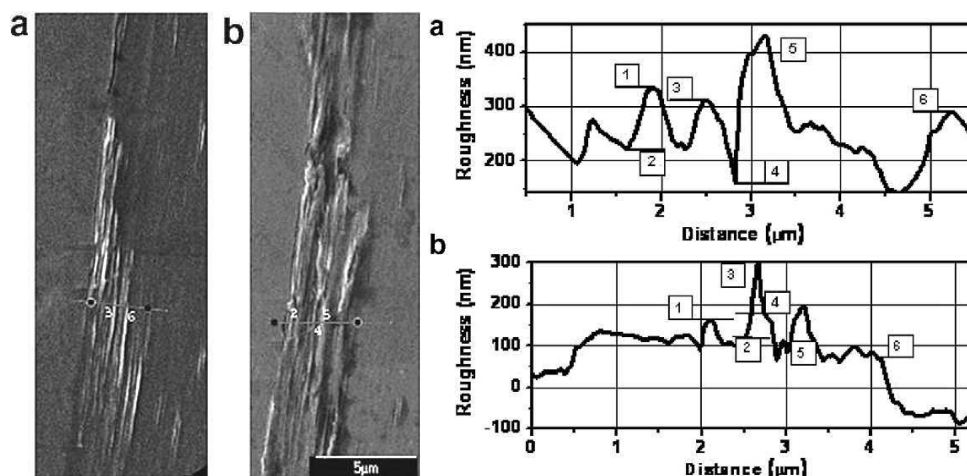


Figure I.4.6 Evolution du profil de hauteur d'une bande de glissement à $\Delta\sigma/2 = 62.6$ MPa observée sur MEB et AFM après (a) 5×10^7 cycles et (b) 5×10^8 cycles [Stanzl-Tschegg 07]

La présence de micro-fissures à la surface d'une éprouvette et à l'intérieur de grains aux amplitudes de contrainte/déformation très faibles a été rapportée par Weidner et al [Weidner 09]. La figure I.4.7 montre une zone partant de la surface vers l'intérieur de l'éprouvette sollicitée à $\Delta\sigma/2 = 57$ MPa (soit 35 MPa plus faible que la limite de fatigue à 1×10^{10} cycles) après 1.59×10^{10} . On observe plusieurs sites d'amorçage de fissures dans les vallées du profil de rugosité. La profondeur de ces vallées n'est pas caractérisable par AFM car les vallées sont trop étroites. Ce résultat prouve que la profondeur réelle des intrusions est beaucoup plus élevée que le montre un profil de hauteur mesurée par AFM sur la surface de l'éprouvette.

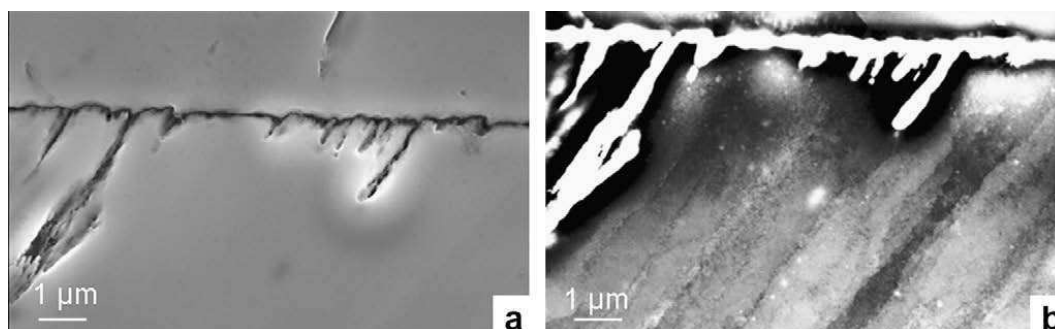


Figure I.4.7. Rugosité de la surface à $\Delta\sigma/2 = 57$ MPa. (a) Image prise avec In-Lens-SE détecteur et (b) même zone, par SEM / ECC [Weidner 09].

Des micro-fissures ont également été observées à l'intérieur des grains en surface et dans le volume de l'éprouvette (Figure I.4.8.a). Le glissement cristallographique produit également une rugosité au joint de grain avec une hauteur maximale de $1 \mu\text{m}$ (Figure I.4.8.b) Ces résultats confirment que l'amorçage de fissure résulte du glissement cristallographique et que ces

mécanismes ne se font pas uniquement en surface mais aussi en volume à l'intérieur des grains. La formation des microfissures à l'intérieur des grains n'est aujourd'hui pas réellement comprise [Weidner 09].

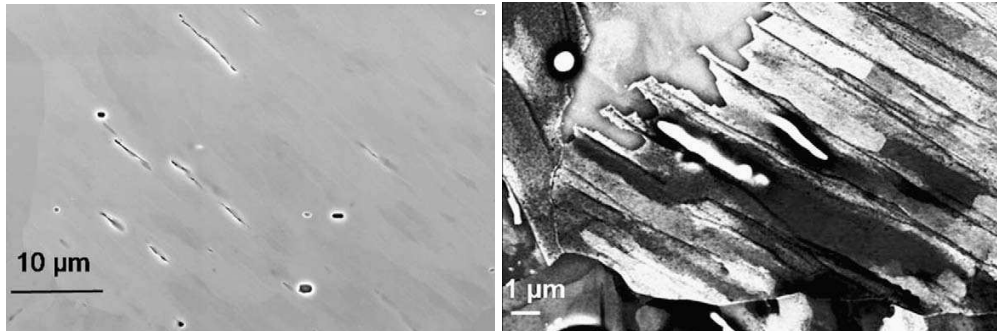


Figure I.4.8 (a) Microfissures intergranulaires à l'intérieur de l'éprouvette
(b) Les joints de grain sont aussi déformés [Weidner 09]

I.6 Conclusions

La synthèse bibliographique a montré de fortes similitudes dans les mécanismes de déformation plastique et d'amorçage de fissures entre les régimes HCF et VHCF. Dans les deux cas, l'amorçage de fissures est lié à la présence de bandes de glissement en surface qui créent une rugosité qui augmente avec le nombre de cycles. Cette rugosité grandissante crée des sites de concentrations de contraintes propices à l'amorçage de fissures. Cependant, des différences existent. En HCF, la limite de fatigue est clairement associée au seuil de formation des PSB. En VHCF, la limite de fatigue à 1×10^{10} cycles a été trouvée égale à 92.2 MPa alors que le seuil des PSB est égal à 45 MPa à 2.7×10^8 cycles. Ces deux valeurs sont donc très différentes, le nombre de cycles associé aussi. Par ailleurs, on observe des bandes de glissement à des amplitudes de contrainte inférieures à 45 MPa. Ces bandes sont-elles persistantes ? En quoi sont-elles différentes des PSB classiques, c'est-à-dire, présentant une structure de dislocations en échelle ? Existe-t-il un seuil de formation de ces bandes ? Autrement dit, existe-t-il un seuil d'irréversibilité ? L'objectif de cette thèse est de contribuer à une meilleure compréhension des mécanismes de microplasticité dans ce régime, précurseurs de l'amorçage de fissures, leur nature et leurs conditions d'apparition en lien avec la microstructure. Les questions de l'existence d'une limite d'irréversibilité en fatigue et de son origine sont également abordées. L'ensemble des essais de fatigue ont été réalisés à l'aide d'une machine ultrasonique fonctionnant à une fréquence de 20 kHz. La microplasticité est caractérisée par deux méthodes : (i) l'observation des traces de plasticité en surface et (ii) la mesure d'auto-échauffement d'éprouvettes sollicitées.

Chapitre II

MATERIAUX ETUDIÉS

II.1 Etude de la microstructure

Deux cuivres purs polycristallins ont été utilisés dans la thèse : du cuivre haute pureté « étiré » acheté chez Goodfellow et du cuivre pur commercial CuOF laminé à chaud fourni par la société Griset. Le cuivre a une structure cristallographique cubique à faces centrées (c.f.c).

II.1.1 Cuivre étiré (Goodfellow)

Le « cuivre étiré » est à haute pureté de 99.99+%. Sa composition chimique est indiquée dans le tableau II.1.1. La quantité d'éléments d'alliage est inférieure à 30 ppm. Il a été étiré à froid et est fourni sous forme des barres cylindriques de 12.7 mm de diamètre et de 200 mm de longueur.

Tableau II.1.1 Composition chimique du cuivre étiré

| Eléments (ppm) | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------|----|----|----|----|----|----|----|-----|----|----|---|----|----|----|----|
| Cu | Sb | Ag | Sn | Bi | Cd | As | Fe | Mn | Hg | Ni | P | Pb | Se | Te | Zn |
| Matrice | 2 | 9 | 1 | <1 | <1 | 1 | 3 | 0.5 | <1 | 1 | 2 | 4 | <1 | <1 | <1 |

La microstructure du matériau après la procédure de préparation (voir II.2) a été étudiée dans 2 sections, transversale et longitudinale (l'axe de la barre), coupées au cœur de la barre. La figure II.1.1 présente les micrographies optiques correspondantes.

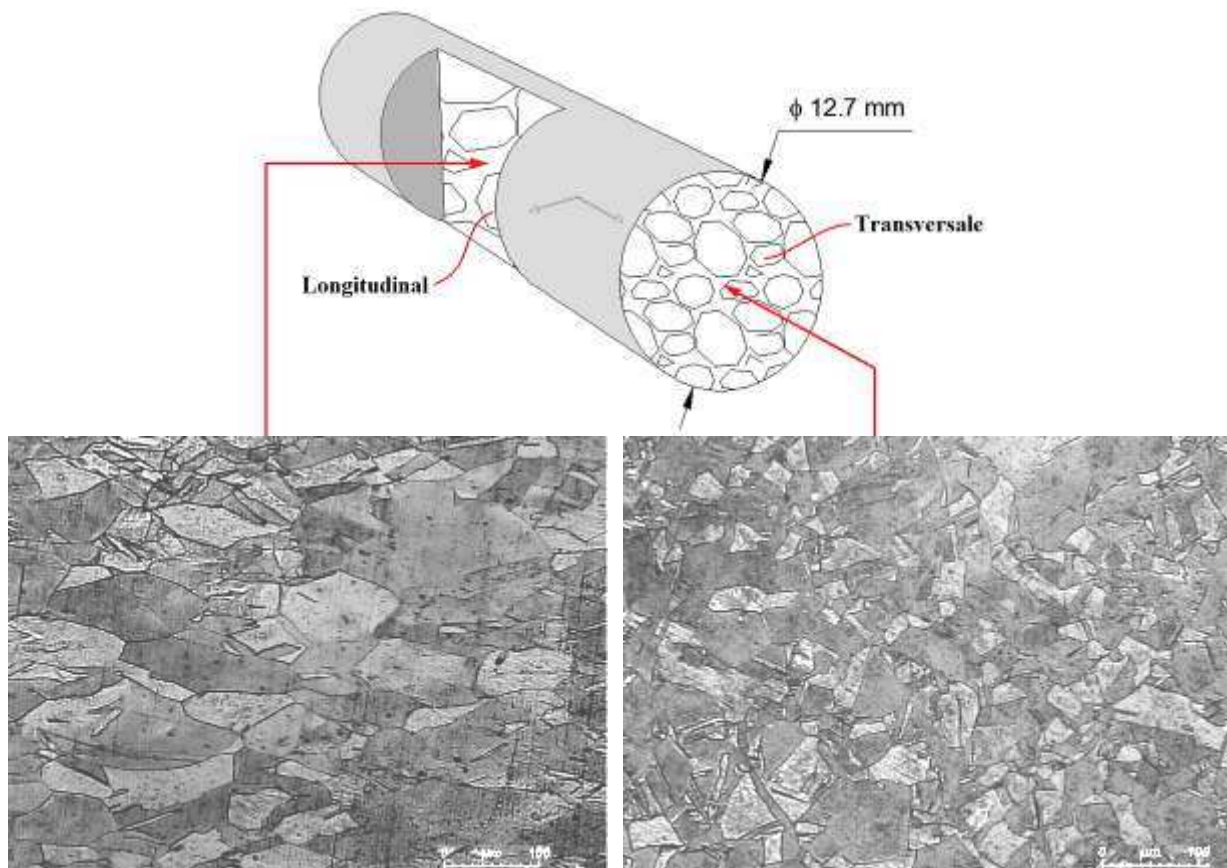


Figure II.1.1 Micrographies optiques des sections longitudinale et transversale de la barre de cuivre « étiré » acheté chez Goodfellow

Des analyses EBSD (Electron Back Scattered Diffraction) (technique qui sera détaillée plus tard, au **Chapitre III**) ont permis de caractériser plus précisément la microstructure du matériau. La figure II.1.2 présente les orientations des grains de la section longitudinale (a) et la cartographie de désorientation (b). Nous observons que le matériau est monophasé. Il n'y a aucun défaut, précipité ou inclusion. Nous observons des macles « thermiques » liées à l'élaboration du matériau. La cartographie de désorientation a montré une désorientation importante dans chaque grain. La désorientation de 1° à 2° est prédominante et peut atteindre 5° . Ce résultat suggère une déformation plastique importante et de l'érouissage local dus au procédé de fabrication. La figure II.1.3 présente la distribution de la taille de grain en section longitudinale (a) et en section transversale (b). La taille des grains dans les 2 sections est très dispersée. Mais les grains sont plutôt allongés dans le sens de l'étirage (l'axe de la barre) : la taille de grain dans le sens longitudinal varie de 6 à 127 μm avec une taille moyenne de 52 μm , alors la taille de grain dans le sens transversal varie de 7 à 117 μm avec une taille moyenne plus petite de 38 μm .

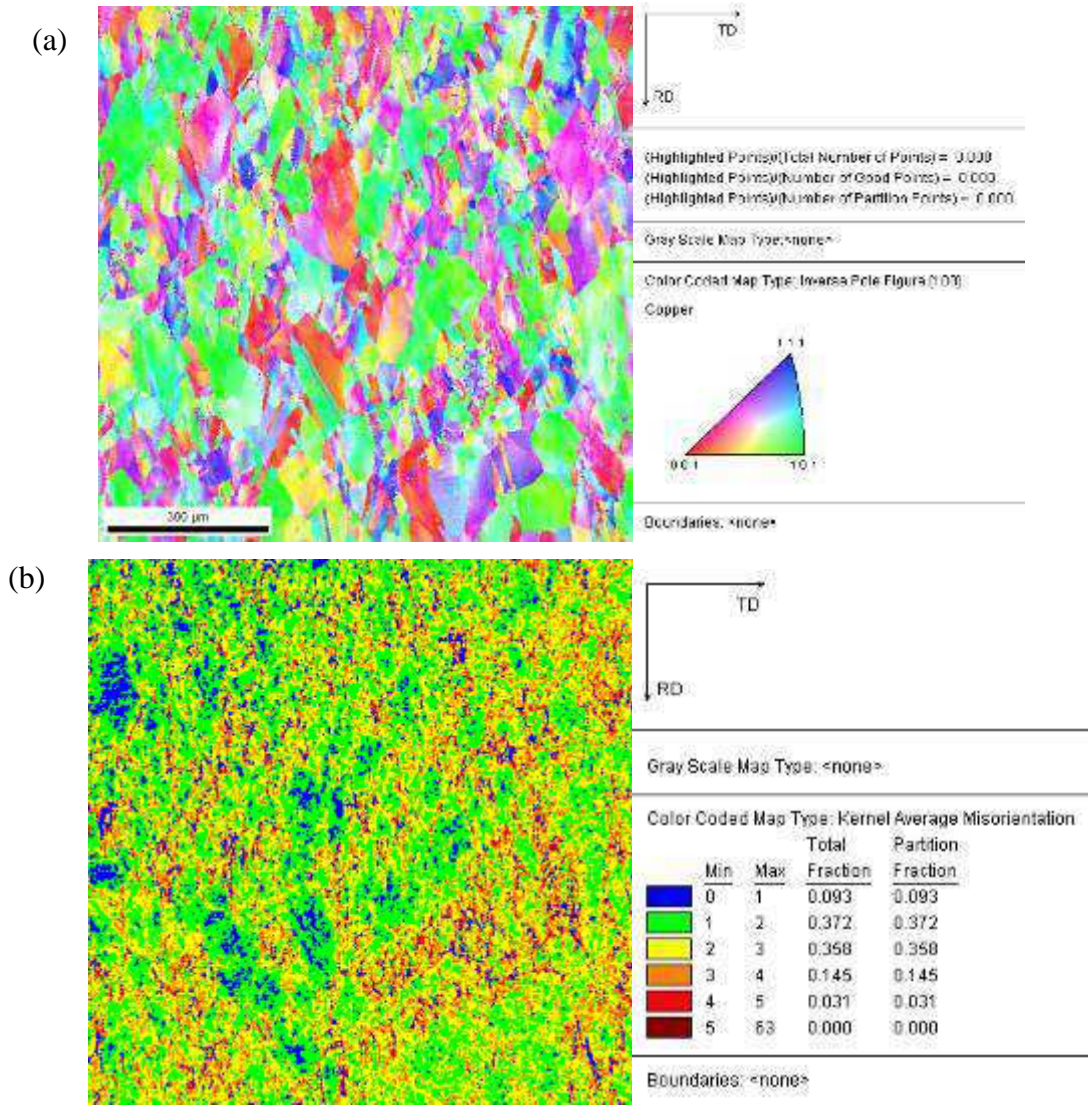


Figure II.1.2 Cartographie des orientations cristallines repérées par rapport à l’axe normal à la surface de la section longitudinale (a) et cartographie de désorientation (b)

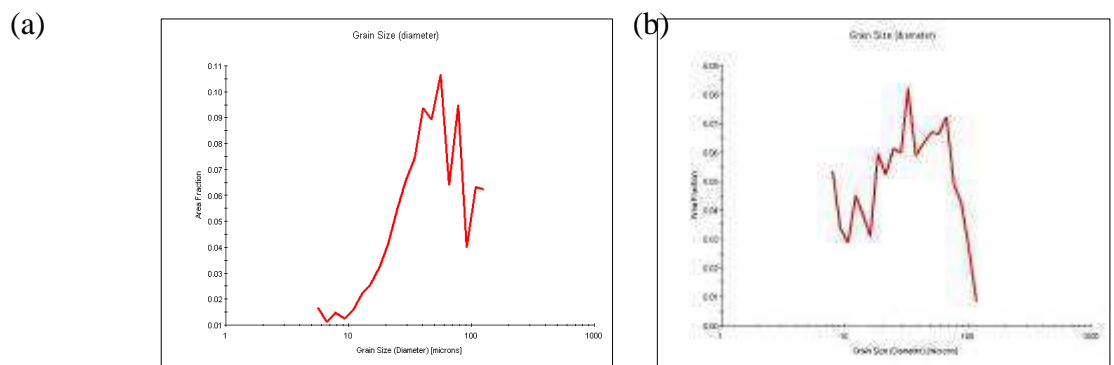


Figure II.1.3 Distribution de la taille des grains dans la section longitudinale (a) et transversale (b)

La distribution de désorientation entre les grains en fonction de la fraction du nombre de grain est présentée sur la figure II.1.4. La désorientation maximale est de 63° . Une fraction importante de grains de 55% a un grain voisin avec une désorientation inférieure à 3.5° . 23% des grains ont des voisins avec une désorientation comprise entre 45° à 63° .

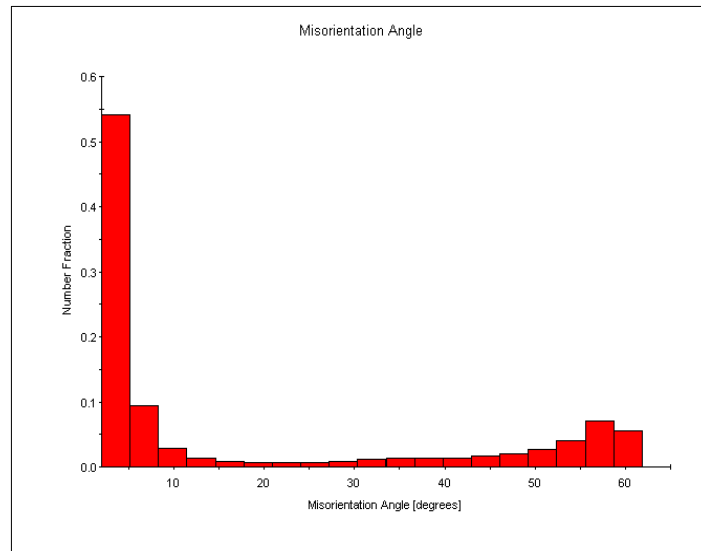


Figure II.1.4 Distribution de l'angle de désorientation entre des grains du cuivre étiré

Afin de mettre en évidence une éventuelle texture cristallographique, différents échantillons ont été analysés par diffraction des rayons X à l'aide d'un goniomètre et aussi par la technique EBSD. Les échantillons ont subi la même procédure de polissage jusqu'au polissage électrolytique que les éprouvettes de fatigue (voir II.2.3). Les échantillons sont montés sur un goniomètre automatisé 4 cercles D500 Bruker AXS. L'analyseur se caractérise par un rayonnement CuK d'une tension d'accélération de 35 kV et une intensité de 35 mA. Les mesures ont été faites pour les plans (111), (110), (100). La figure II.1.5 présente les figures de pôle de la texture du « cuivre étiré » où la direction normale correspond à l'axe de la barre. Elles montrent une texture de « fibre ». Le matériau est fortement texturé : nous observons une concentration forte de 15.5 de la famille de direction (111) par rapport à l'axe de la barre, et elle est de 5.3 de la famille de direction (100).

Des éprouvettes cylindriques ont été fabriquées dans les barres par usinage. Aucun traitement thermique n'a été effectué

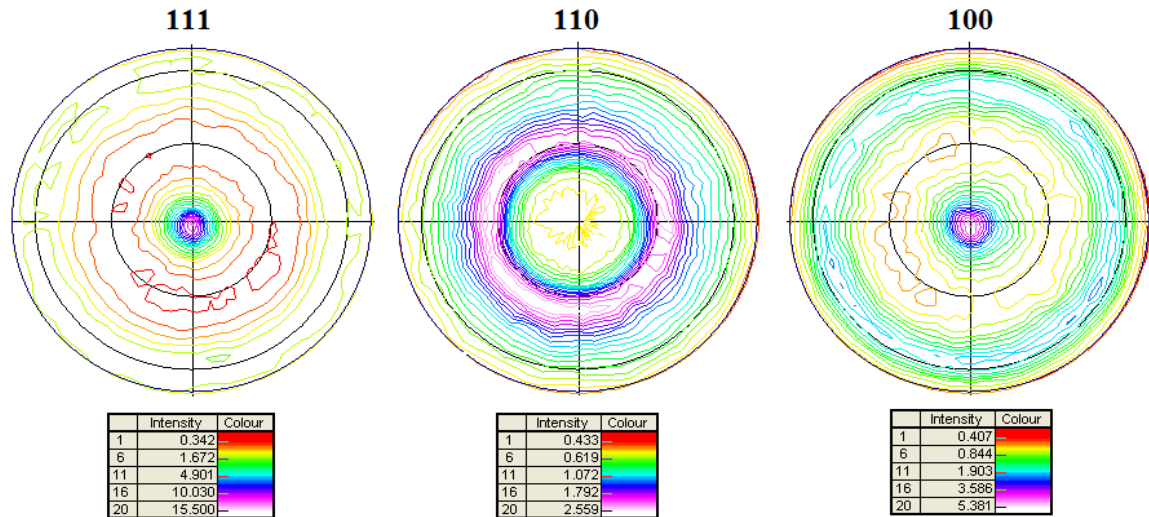
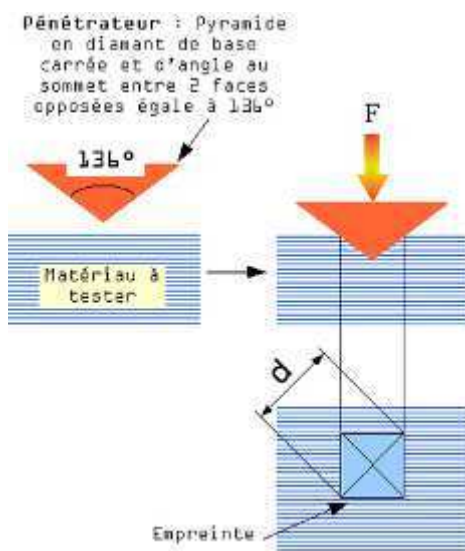


Figure II.1.5 Texture du cuivre « étiré » analysée par diffraction des rayons X

La direction normale correspond à l'axe de la barre

La dureté Vickers sur les 2 sections longitudinale et transversale du matériau a été mesurée. La mesure de dureté Vickers se fait avec une pointe pyramidale normalisée en diamant de base carrée et d'angle au sommet entre faces égal à 136°. L'empreinte a donc la forme d'un carré; on mesure les deux diagonales d_1 et d_2 de ce carré à l'aide d'un appareil optique (Figure II.1.6). On obtient la valeur d en effectuant la moyenne de d_1 et d_2 . C'est d qui sera utilisé pour le calcul de la dureté. La force et la durée de l'appui sont également normalisées.



- H_V : dureté Vickers
- d_1 et d_2 : mesure de l'empreinte réalisée à 90° (2 diagonales du carré de l'empreinte) (mm)
- F : charge d'essai (N)
- g : accélération de la pesanteur

$$H_V = \frac{1}{g} \cdot \frac{2 \cdot F \cdot \sin(136^\circ/2)}{d^2}$$

$$d = \frac{d_1 + d_2}{2}$$

Figure II.1.6 : Représentation schématique d'une mesure de dureté Vickers

La dureté des 2 sections longitudinale et transversale du cuivre étiré est présentée dans le tableau II.1.2

Tableau II.1.2 Dureté Vickers du cuivre étiré

| | Dureté (Hv) |
|-----------------------|-------------|
| Section Longitudinale | 87 |
| Section Transversale | 98 |

II.1.2 Cuivre pur commercial CuOF laminé à chaud (Griset)

Le cuivre CuOF est un cuivre commercial dont la pureté est estimée à de 99.98%. La quantité d'éléments d'alliage est inférieure à 40 ppm. Le matériau initial est sous forme d'une tôle laminée à chaud de 14 mm d'épaisseur fournie par la société Griset. La composition chimique du matériau est indiquée dans le tableau II.1.3.

Tableau II.1.3 Composition chimique du cuivre pur commercial CuOF

| Eléments (ppm) | | | | | | | | | | | | | | | | | | |
|----------------|-----|-----|----|-----|----|-----|-----|-----|-----|----|----|----|---|-----|-----|-----|----------------|---------|
| Pb | Bi | As | Sb | Sn | Zn | Mn | Cr | Co | Cd | Fe | Ni | Ag | S | Se | Te | P | O ² | Cu |
| 1.5 | 0.4 | 1.7 | 2 | 1.5 | 1 | 0.5 | 3.3 | 0.8 | 0.8 | 2 | 2 | 10 | 6 | < 1 | < 1 | < 1 | 1 | Matrice |

Toutes les éprouvettes en cuivre laminé à chaud ont subies un traitement thermique pour relaxer les contraintes résiduelles. La microstructure du matériau après le traitement thermique et la procédure de préparation (voir II.2) est étudiée. La Figure II.1.7 présente la microstructure du matériau dans les 2 sens, direction transverse (DT) et direction de laminage (DL). Le matériau est monophasé. Il y a beaucoup plus de macles thermiques que dans le cuivre « étiré ». Il n'y a pas de précipité dans le matériau.

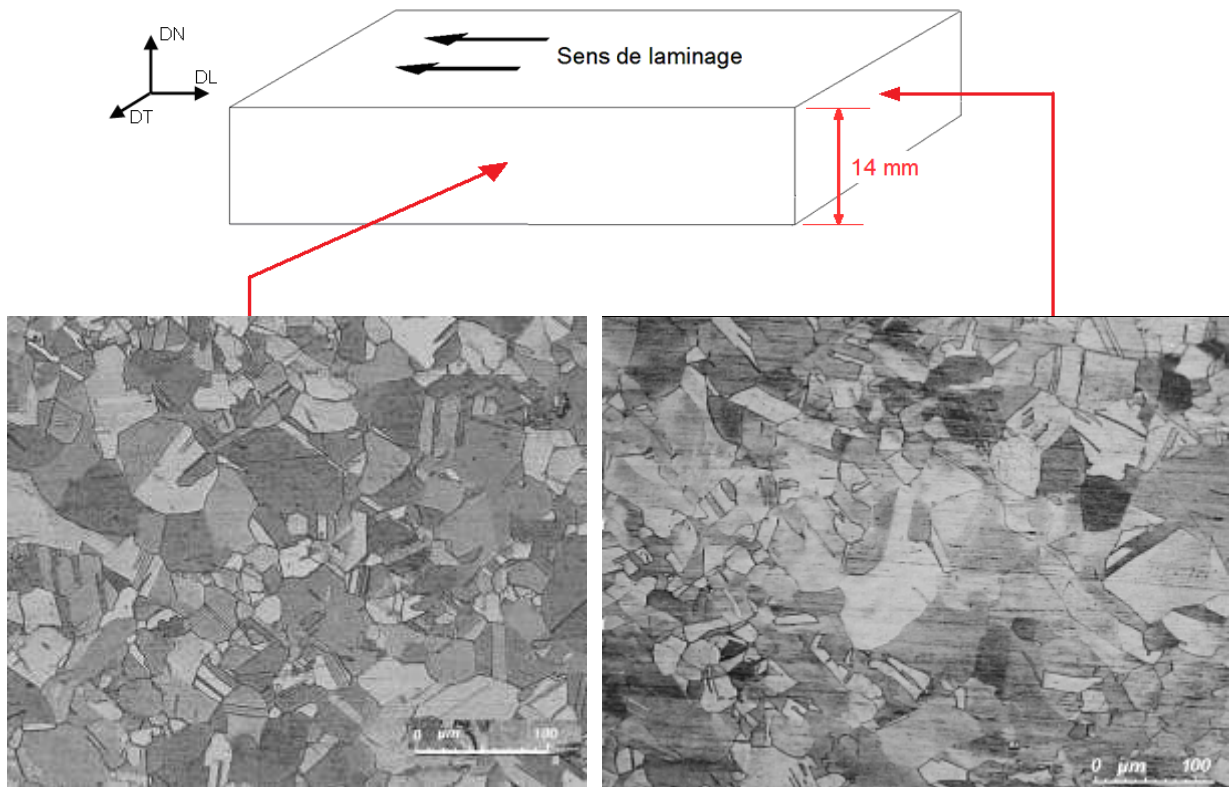


Figure II.1.7 : Micrographies optiques des sections de normale DT et DL du matériau initial

Nous constatons une dispersion de la taille de grain large allant de 8 à 90 μm . La taille de grain moyenne dans les 3 directions donnée par la technique EBSD est de 29 ± 9 en direction DL, de 29 ± 10 en direction DT (Figure II.1.8) et de 25 ± 9 en direction DN.

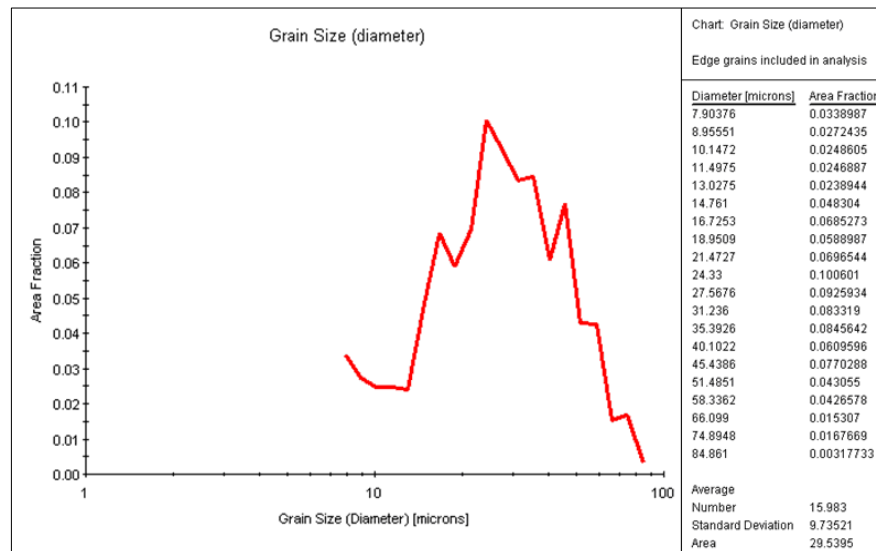


Figure II.1.8 : Distribution de la taille de grain du matériau dans une section DT après traitement thermique analysée par technique EBSD

La figure II.1.9 présente la distribution de désorientation entre les grains en fonction de la fraction du nombre de grain. 31% des grains ont un voisin qui présente une désorientation de 60° et 56% des grains ont un voisin avec une désorientation comprise entre 45° à 63°.

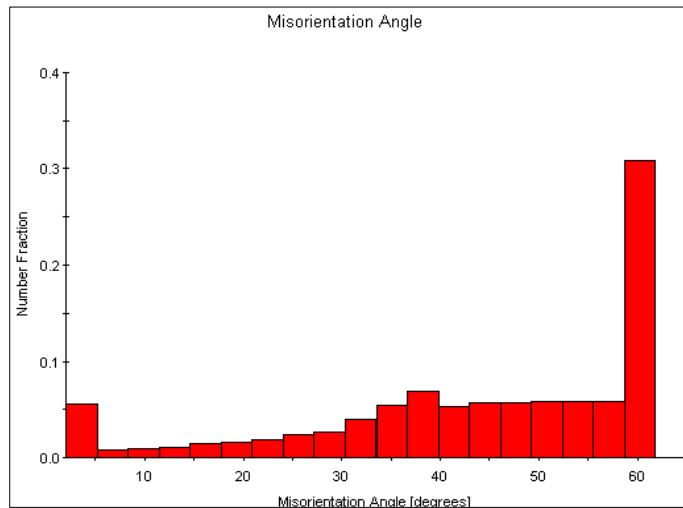
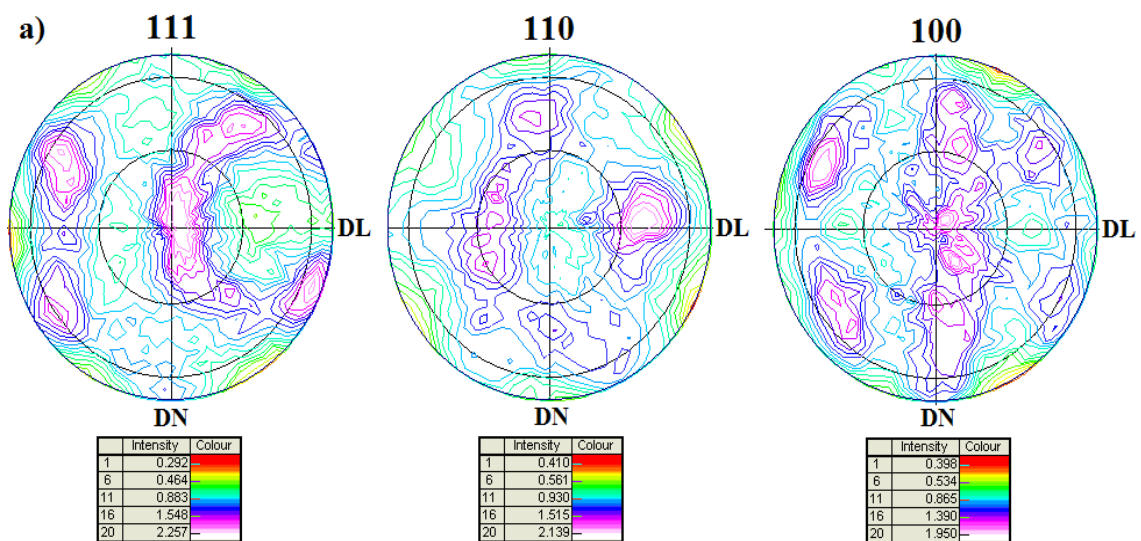


Figure II.1.9 Distribution de l’angle de désorientation entre des grains du cuivre laminé à chaud

La figure II.1.10 présente les figures de pôles avec comme axe normal la direction DT (a) et la direction DN (b) après le traitement thermique. La texture du matériau est typique de celle de matériaux laminés à chaud. Elle se compose de textures simples (Bs ; Cu ; Cube ; Gross et S) comme présentée dans la figure II.1.10.b. La valeur maximale de texture des 3 familles de plan (100) ; (110) et (111) vaut environ 2. Le matériau est donc faiblement texturé.



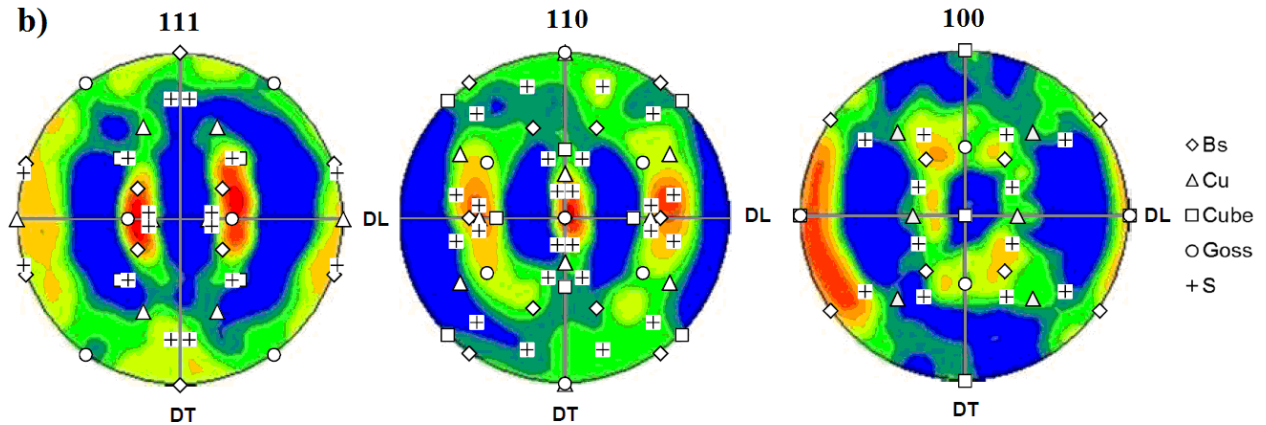


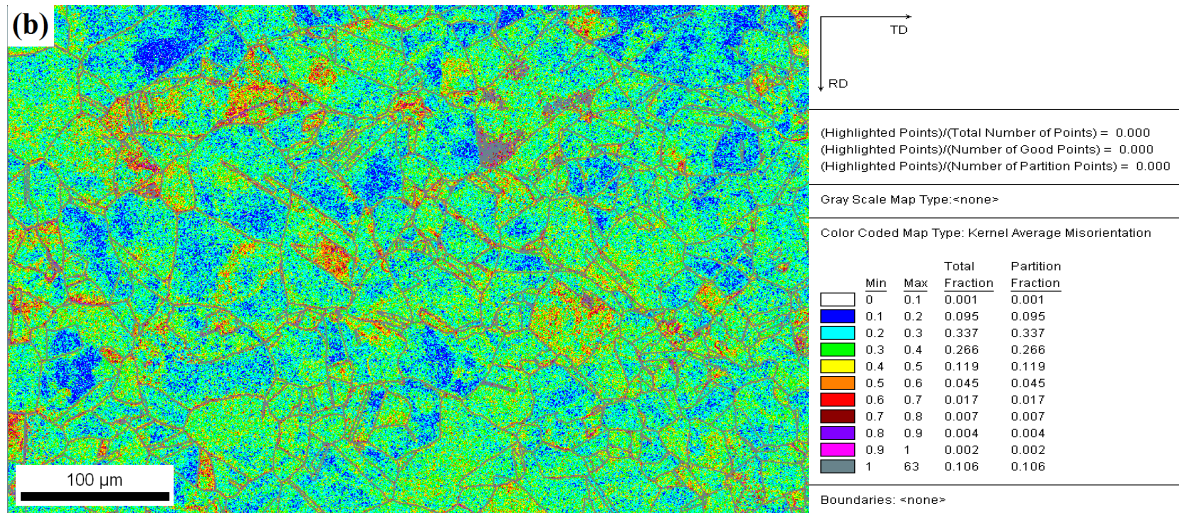
Figure II.1.10 : Figures de Pôle avec comme axe normal la direction DT (a)

Figures de Pôle avec comme axe normal la direction DN (b) après traitement thermique

La texture se compose de textures simples

Les Figures II.1.11.a et II.1.11.b montrent la cartographie des orientations des grains et la cartographie des désorientations de la même zone. La direction DT est prise comme axe normal. La désorientation dans chaque grain après la procédure de préparation du matériau (voir II.2) est faible et homogène. Dans certaines zones, une désorientation maximale de 1° est constatée. Mais la majorité des grains possède une désorientation faible comprise entre 0.1° et 0.3°. La cartographie des désorientations suggère que l'écrouissage dans le matériau après la procédure de préparation est faible





La Figure II.1.11 Cartographie des orientations des grains

(a) et la cartographie des désorientations (b) La direction DT est prise comme axe normal.

La dureté Vickers sur les trois sections DL, DT et DN du cuivre laminé à chaud après le traitement thermique est présentée dans le tableau II.1.4

Tableau II.1.4 Dureté Vickers du cuivre laminé à chaud

| | Dureté (Hv) |
|----|-------------|
| DL | 85 |
| DN | 86 |
| DT | 85 |

Les caractéristiques mécaniques données par le fournisseur sont présentées dans le tableau II.1.5. Les caractéristiques mécaniques en traction monotone sont aussi étudiées et présentées dans la partie II.3.

Tableau II.1.5 Caractéristiques mécaniques des 2 cuivres utilisés

| | Module d'Young (GPa) | Coefficient de Poison | Limite de traction (MPa) |
|-----------------------------------|-------------------------|--------------------------|-----------------------------|
| Cuivre "étiré" (Goodfellow) | 129.8 | 0.343 | 314 |
| Cuivre laminé à chaud (Griset) | 120 | 0.34 | 220-260 |

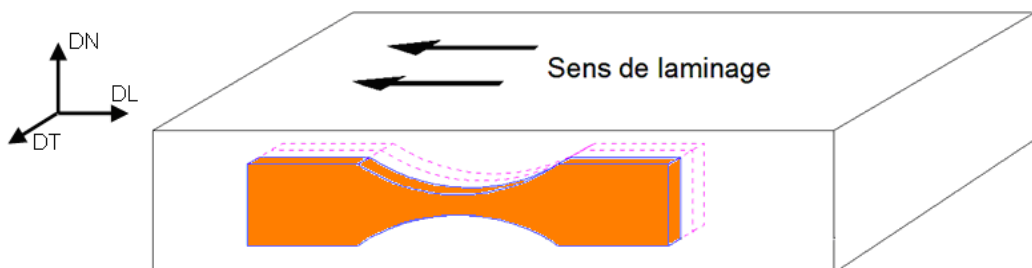
II.2 Préparation des éprouvettes

Dans la cadre de l'étude, nous utilisons 2 types d'éprouvette : une éprouvette cylindrique à section variable et une éprouvette plate à section variable. La méthode de dimensionnement est expliquée au paragraphe III.1.2. Ici, nous présentons le protocole de préparation des éprouvettes.

II.2.1 Usinage

Afin d'avoir une microstructure identique dans toutes les éprouvettes, ces dernières sont prélevées au cœur de la matière brute. Des éprouvettes cylindriques sont usinées dans les tiges de cuivre étirées où l'axe du cylindre correspond à l'axe de la tige et dans l'épaisseur des tôles de cuivre laminées où l'axe du cylindre correspond à la direction de laminage (DL) (Fig. II.2.1). Les éprouvettes plates sont prélevées uniquement dans les tôles laminées où l'axe longitudinal de l'éprouvette correspond à la direction DL (Fig. II.2.1).

Les éprouvettes sont usinées graduellement avec des pas fins pour éviter d'écraser le matériau et ainsi limiter l'introduction de contraintes résiduelles importantes. Dans la figure II.2.2, les lignes en pointillées correspondent au trajet de l'outil. Au début, l'épaisseur des passes est de 200 μm , il est de 100 μm pour la finition.



DN : Direction Normale ; DL : Direction de laminage ; DT : Direction Transversale

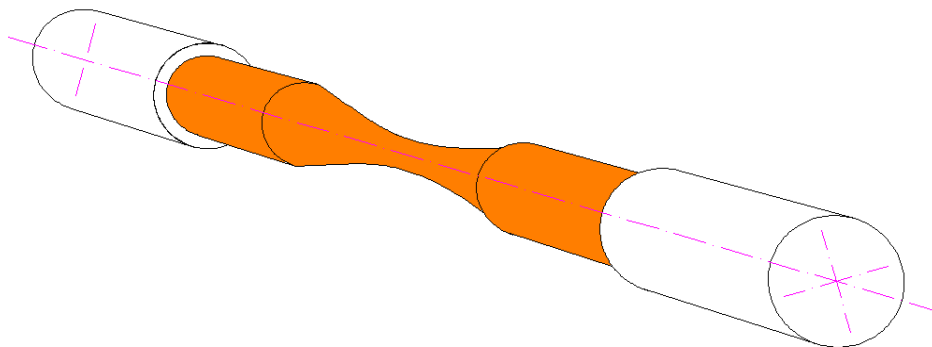


Figure II.2.1: Position des éprouvettes dans les produits semi-finis : tôle laminée et tige étirée

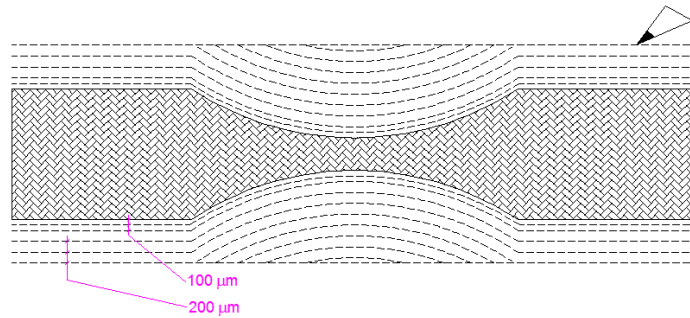


Figure II.2.2: Schéma d'usinage pour l'éprouvette

II.2.2 Traitement thermique :

Les éprouvettes en cuivre laminé à chaud (Griset) ont subi un traitement thermique de 250°C pendant une heure. Ce recuit à basse température correspond à une restauration. Il permet de relaxer les contraintes résiduelles dues à l'usinage. Les propriétés mécaniques ne sont pas modifiées par ce traitement.

II.2.3 Polissage :

Pour éviter l'influence de la rugosité ou de contraintes résiduelles en surface sur les propriétés en fatigue, une procédure de polissage a été effectuée sur toutes les éprouvettes

D'abord, l'éprouvette est polie mécaniquement par papier abrasif de 1000, 2400 et 4000. Il faut noter qu'après usinage, la surface de l'éprouvette n'est pas très rugueuse. Le polissage est donc commencé avec un papier assez fin – papier de 1000. Le polissage est fait graduellement en faisant attention de ne pas écrouir trop le matériau. A la fin, la surface de l'éprouvette est assez brillante et présente de très fines rayures (5-10 µm de largeur, ce correspond à la taille de grain du papier abrasif 4000).

Enfin, afin d'obtenir un poli miroir et d'enlever la couche écrouie superficiellement, la préparation de toutes les éprouvettes se termine par un polissage électrolytique. Le polissage électrolytique consiste en une dissolution superficielle d'un métal placé dans un électrolyte. L'éprouvette est attachée au bord positif du générateur. Le bord négatif est attaché à une cuve en acier inoxydable qui contient du liquide électrolyte « D2 » - un produit industriel pour du cuivre et les alliages du cuivre chez la société Struers. La partie utile de l'éprouvette est plongée dans le liquide électrolyte et le circuit est fermé. Le polissage électrolytique est exécuté à 6A. Les contraintes résiduelles sur la surface de l'éprouvette sont mesurées après chaque 30 second d'attaque, correspondant environ à 10 µm de profondeur enlevé. La Figure II.2.3 présente les

contraintes résiduelles sur la surface de l'éprouvette cylindrique en cuivre étiré (qui n'a pas subi de traitement thermique) en fonction de la profondeur enlevée par polissage électrolytique. La cote 0 correspond à l'état de la surface après usinage. Ici, nous observons des contraintes résiduelles faibles, cela prouve que l'usinage ne déforme pas beaucoup le matériau. Le polissage mécanique retire une épaisseur de matière d'environ 30 μm et engendre des contraintes résiduelles de compression assez élevées. Enfin, nous constatons qu'il faut enlever 60 μm de profondeur (ce qui correspond à 90 μm sur la Figure II.2.3), (correspondant à 3 minutes de polissage électrolytique à 6A), pour supprimer les contraintes résiduelles sur la surface de l'éprouvette dues au polissage mécanique. Le polissage électrolytique est donc exécuté à 6A pendant 3 minutes.

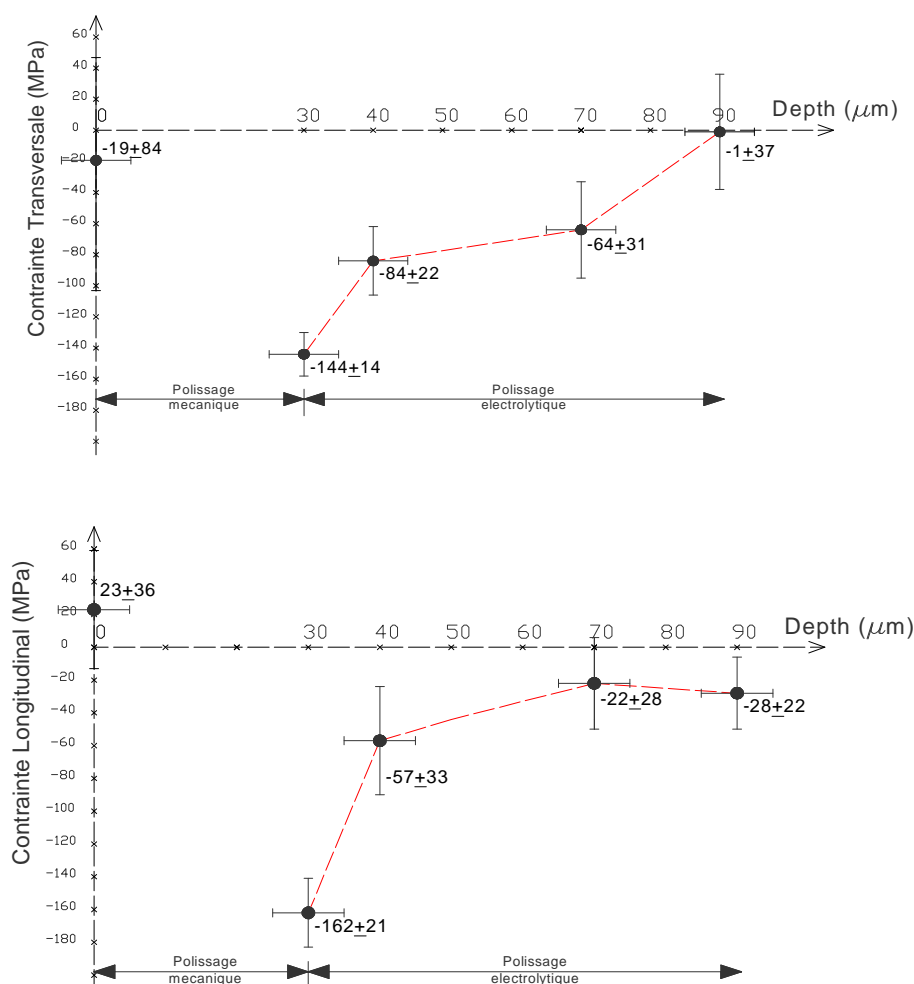


Figure II.2.3 : Contraintes résiduelles transversales et longitudinales en fonction de la profondeur enlevée dans l'éprouvette de cuivre étiré

La procédure de préparation des éprouvettes permet ainsi d'obtenir des éprouvettes à état de surface contrôlé : surface très lisse, non écaillée et sans contraintes résiduelles.

II.3 Comportement en traction monotone uniaxial à différentes vitesses de déformation

Des essais de traction monotone ont été exécutés sur les 2 cuivres étudiés. Comme pour les essais de fatigue, la direction de chargement est la direction d'étirage ou de laminage.

II.3.1 Technique expérimentale

L'essai consiste à soumettre une éprouvette à une déformation due à une force de traction jusqu'à rupture pour déterminer des caractéristiques mécaniques du matériau.

La géométrie de l'éprouvette de traction est donnée sur la figure II.3.1 et suit la norme des essais de traction des matériaux métallique NF EN ISO 6892-1. Le sens de traction correspond au sens de sollicitation des éprouvettes de fatigue.

La déformation dans la zone utile de longueur 32 mm a été mesurée par un extensomètre. Cela nous permet de piloter en vitesse de déformation (Figure II.3.2). Les essais à différentes vitesses de déformation sont effectués par une machine de traction servo-hydraulique MTS (Figure II.3.3) à la température ambiante.

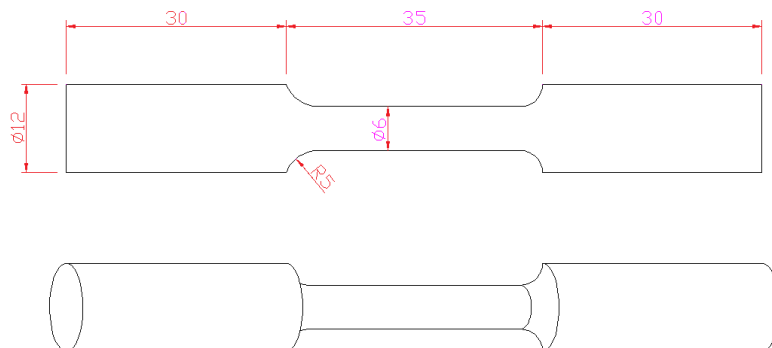


Figure II.3.1 Géométrie de l'éprouvette cylindrique de traction

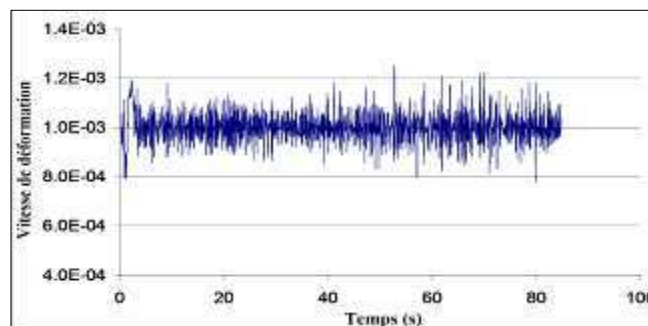


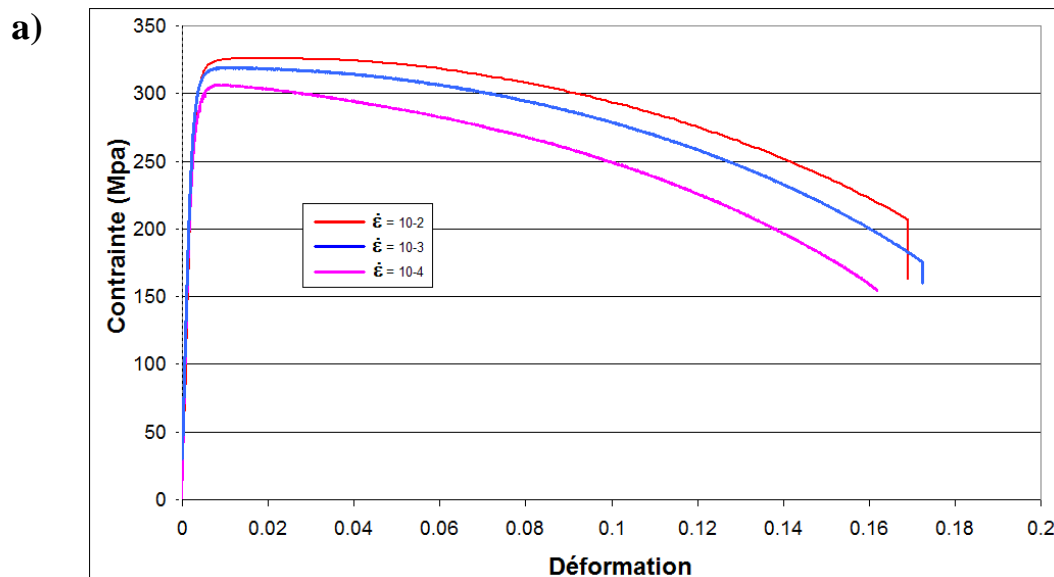
Figure II.3.2 Evolution de la vitesse de déformation au cours d'un essai de traction piloté en vitesse de déformation



Figure II.3.3 Machine de traction servo-hydraulique MTS utilisée pour les essais de traction

II.3.2 Comportement en traction uniaxiale du cuivre étiré

La figure II.3.4.a présente l'évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale et la figure II.3.4.b présente l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie du cuivre étiré aux différentes vitesses de déformation. Le Tableau II.3.1 résume les caractéristiques mécaniques déduites de ces courbes.



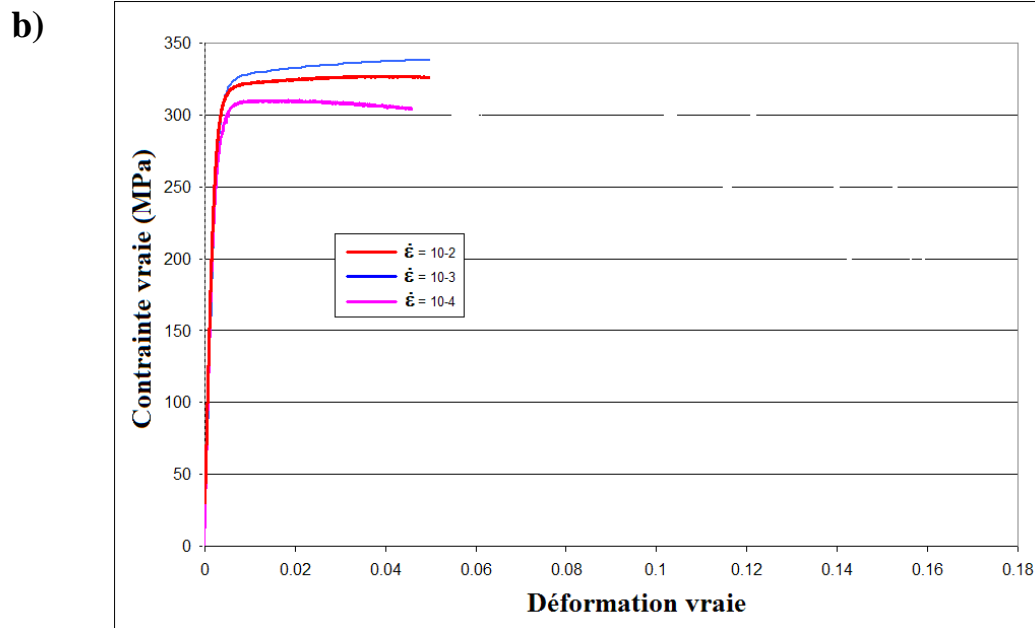


Figure II.3.4 (a) Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale
 (b) Contrainte vraie en fonction de la déformation vraie
 du cuivre étiré à différentes vitesses de déformation

Tableau II.3.1. Caractéristiques mécaniques en traction monotone pour trois vitesses de déformation à température ambiante du cuivre étiré

| Vitesse de déformation (s^{-1}) | Module d'élasticité E (GPa) | Limite d'élasticité (MPa) | Limite d'élasticité à 0.2 % $Re_{0.2\%}$ (MPa) | Allongement à la rupture (%) | Limite de traction R_p (MPa) |
|-------------------------------------|-----------------------------|---------------------------|--|------------------------------|--------------------------------|
| 10^{-2} | 123 | 218 | 317 | 21.12 | 326 |
| 10^{-3} | 126 | 242 | 312 | 17.23 | 319 |
| 10^{-4} | 122 | 216 | 298 | 16.19 | 307 |

Nous constatons que la vitesse de déformation dans la gamme $10^{-4} s^{-1}$ - $10^{-2} s^{-1}$ n' influe pas la partie élastique des courbes de traction. Mais la contrainte d'écoulement plastique augmente légèrement quand la vitesse de déformation est plus grande. De plus, les éprouvettes présentent une striction dès de très faibles déformations.

II.3.3 Comportement en traction uniaxial du cuivre laminé

La figure II.3.5.a présente l'évolution de la contrainte nominale en fonction de la déformation nominale et la figure II.3.5.b présente l'évolution de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie du cuivre laminé à chaud aux différentes vitesses de déformation. Le Tableau II.3.2 résume les caractéristiques mécaniques déduites de ces courbes.

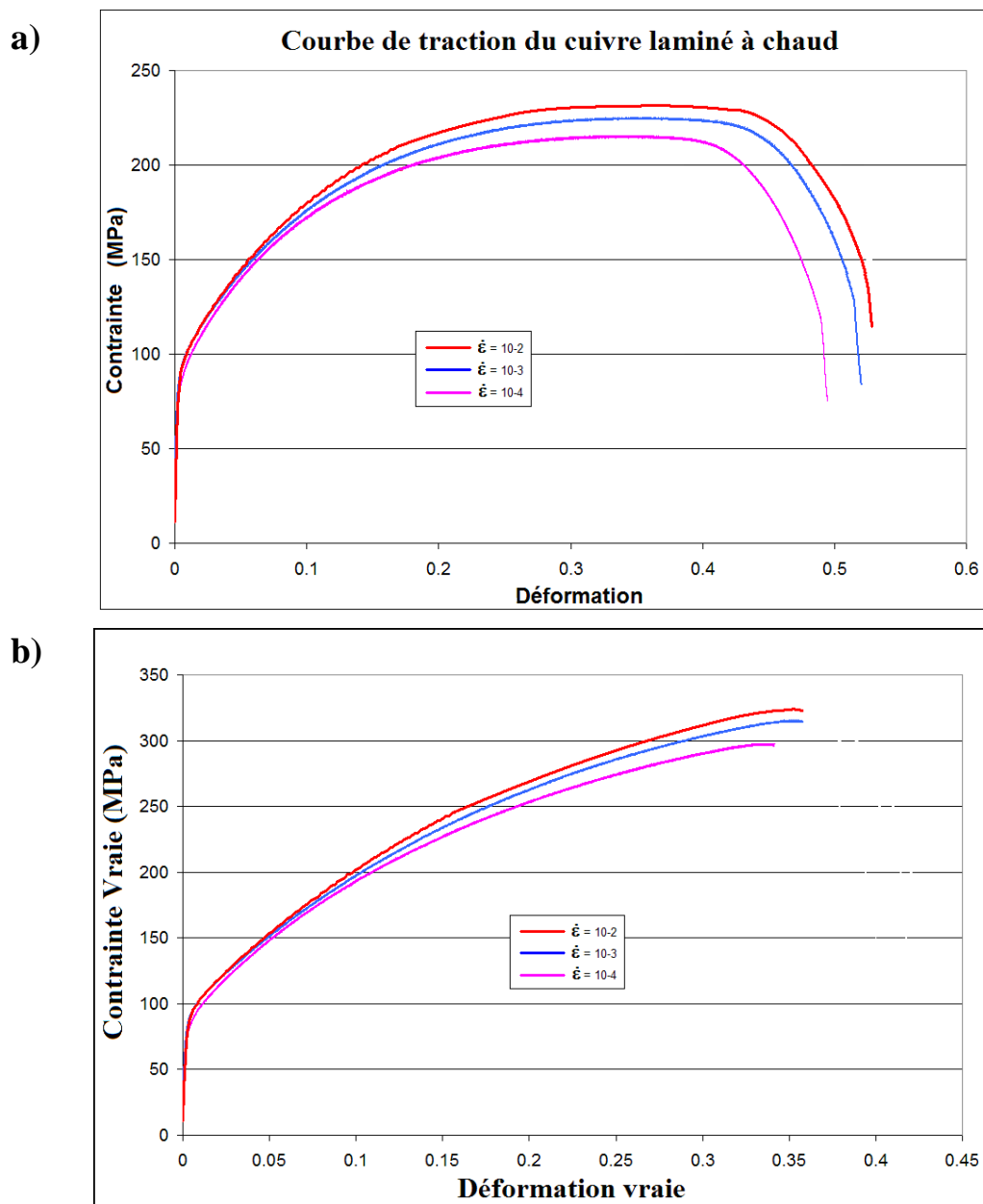


Figure II.3.5 (a) Contraite nominale en fonction de la déformation nominale
(b) Contraite vraie en fonction de la déformation vraie
du cuivre laminé à différentes vitesses de déformation

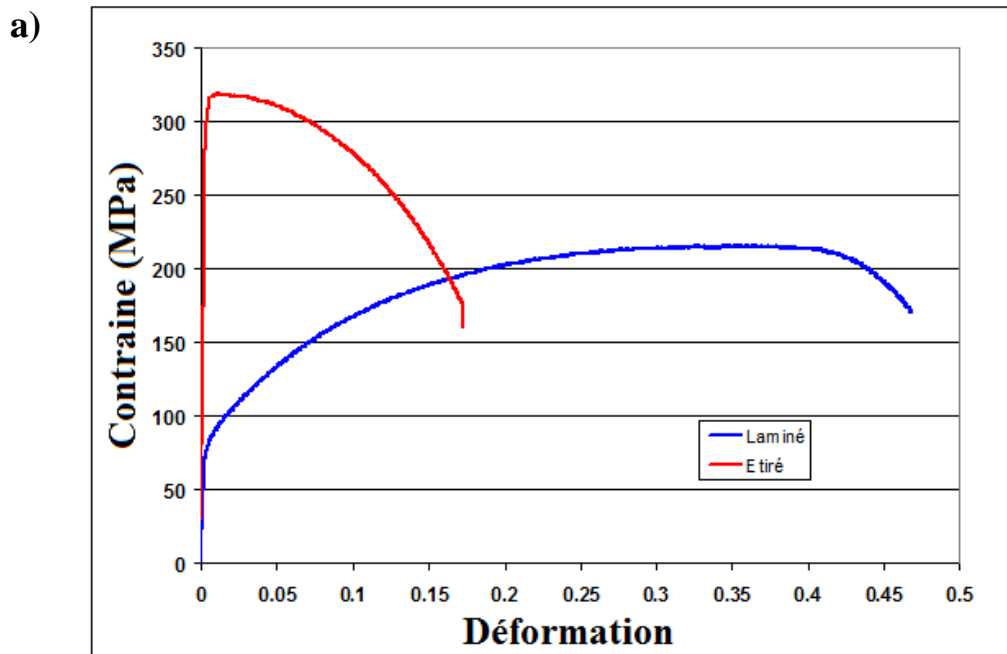
Tableau II.3.2. Caractéristiques mécaniques en traction monotone pour trois vitesses de déformation à température ambiante du cuivre laminé

| Vitesse de déformation (s^{-1}) | Module d'élastique E (GPa) | Limite d'élasticité (MPa) | Limite d'élasticité à 0.2 % $Re_{0.2\%}$ (MPa) | Allongement à la rupture (%) | Limite de traction R_p (MPa) |
|-------------------------------------|----------------------------|---------------------------|--|------------------------------|--------------------------------|
| 10^{-2} | 90 | 50 | 87 | 52.9 | 232 |
| 10^{-3} | 90 | 50 | 85.5 | 52 | 225 |
| 10^{-4} | 90 | 50 | 81 | 49.43 | 215 |

Comme sur le cuivre étiré, la vitesse de déformation n'influe pas la partie élastique. Son influence sur la contrainte d'écoulement plastique reste très faible. On constate une contrainte d'écoulement légèrement plus élevée à $10^{-2} s^{-1}$ qu'aux deux autres vitesses de déformation. Un phénomène de striction est présent mais à des déformations beaucoup plus élevées que dans le cas du cuivre étiré. Il est précédé par un stade de fort écrouissage.

II.3.4 Comparaison des comportements en traction des 2 cuivres étudiés

La figure II.3.6 présente la courbe de la contrainte vraie en fonction de la déformation vraie des 2 cuivres étudiés à la même vitesse de déformation de 10^{-3} .



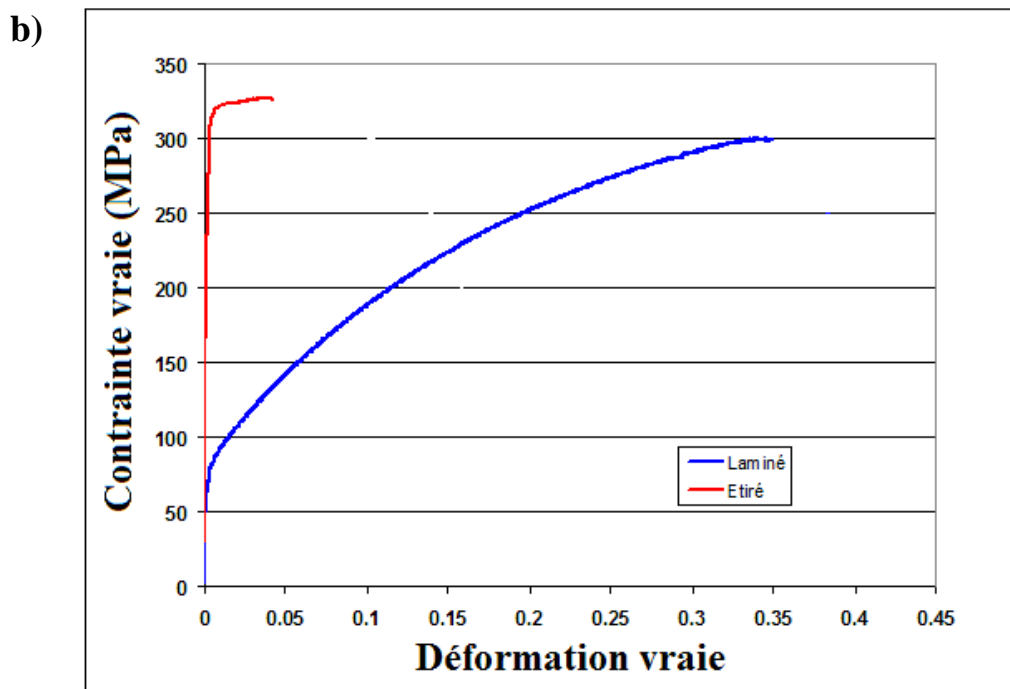


Figure II.3.6 (a) Contrainte nominale en fonction de la déformation nominale
(b) Contrainte vraie en fonction de la déformation vraie
des 2 cuivres étudiés en traction uniaxiale à 10^{-3} (s^{-1}).

La pente de la courbe de traction du cuivre étiré est plus élevée que celle du cuivre laminé à chaud. En conséquence, le module d'Young déterminé à partir de cette pente est plus élevé pour le cuivre étiré (125 GPa) que pour le cuivre laminé (90 GPa). Néanmoins, ce module ne peut pas être déterminé précisément à partir des essais de traction.

La limite d'élasticité du cuivre étiré est nettement supérieure à celle du cuivre laminé. Le cuivre laminé à chaud présente une phase d'écrouissage très importante avec un allongement à la rupture élevé de 40%. Au contraire, le cuivre étiré ne présente pas d'écrouissage significatif. L'allongement à la rupture du matériau est de 17%, bien plus faible que celui du cuivre laminé.

De plus, la déformation est très localisée dans l'éprouvette en cuivre étiré. Par contre, la déformation est uniforme le long de l'éprouvette en cuivre laminé. La figure II.3.7 présente l'éprouvette de traction initiale (a), l'éprouvette en cuivre étiré après essai de traction (b) et l'éprouvette en cuivre laminé après essai de traction (c). Sur l'éprouvette de traction en cuivre étiré, avant la striction, seulement une partie de l'éprouvette est déformée. La figure II.3.8 présente les images MEB à différents endroits le long de l'éprouvette en cuivre étiré. Les

bandes de glissement sont plus denses et la surface de l'éprouvette est fortement déformée quand on s'approche de la zone de striction. A une distance de 1 cm de la striction, aucune bande de glissement n'est observée. Alors que sur l'éprouvette en cuivre laminé, avant la striction, la déformation est uniformément distribuée le long de la longueur utile : la section le long de l'éprouvette est diminuée de manière uniforme. Les bandes de glissement sont observées partout le long de la partie utile de l'éprouvette (Figure II.3.9).



Figure II.3.7 (a) Eprouvette de traction initiale,
 (b) éprouvette en cuivre étiré après essai de traction
 et (c) éprouvette en cuivre laminé après essai de traction

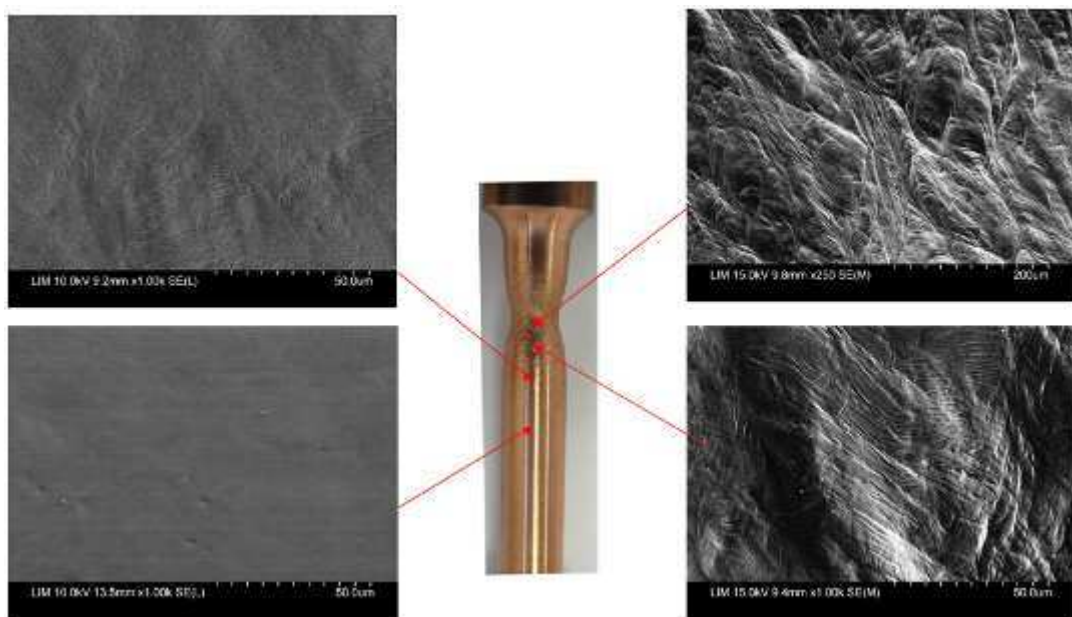


Figure II.3.8 Images MEB le long de l'éprouvette de cuivre étiré
 après sollicitation en traction uniaxiale à 10^{-3} (s^{-1})

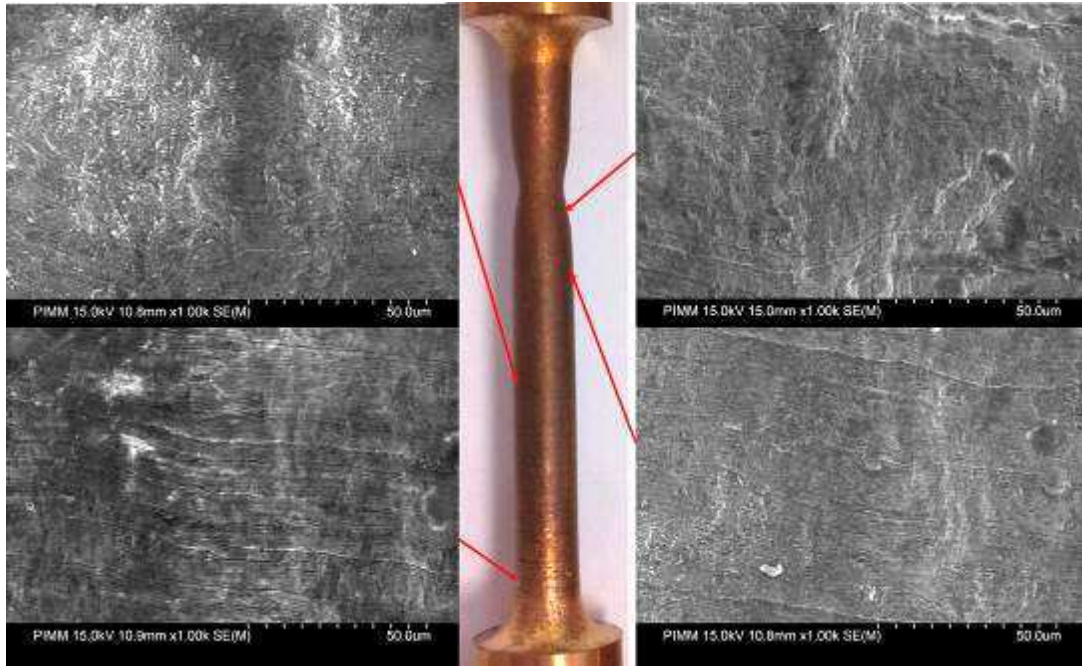


Figure II.3.9 Images MEB le long de l'éprouvette en cuivre laminé après sollicitation en traction uniaxiale à 10^{-3} (s^{-1})

Ces résultats reflètent des états d'érouissage avant essai très différents pour les deux matériaux : le cuivre étiré est très écroui et ne peut pratiquement plus supporter de déformation plastique supplémentaire. Au contraire, le cuivre laminé à chaud est dans un état recuit et est capable de fortement se déformer et de s'écrouir sous sollicitation.

II.4 Bilan

En comparant les 2 cuivres, on constate que la morphologie des grains du « cuivre laminé à chaud » est plutôt équiaxe alors que celle du « cuivre étiré » est allongée dans le sens de l'axe de la barre.

Le cuivre laminé à chaud exhibe visuellement en microscopie optique beaucoup de macles thermiques. Des analyses EBSD ont montré qu'un tiers des grains ont un voisin présentant une forte désorientation de 60° , ce qui correspond à la désorientation entre une macle et sa matrice. Par contre, le cuivre étiré ne présente pas visuellement beaucoup de macles thermiques et la désorientation entre la majorité des grains (plus de 50%) est faible et inférieure à 5° .

La texture dans les 2 cuivres est également très différente. Le cuivre étiré possède une texture de « fibre ». La texture de la famille de plan (111), le plan de glissement dans la structure cubique à face centrée comme le cuivre, par rapport à l'axe de sollicitation de l'éprouvette (l'axe de la barre) est très forte, de 15.5. C'est-à-dire que le plan (111) de la majorité des grains du matériau est perpendiculaire à l'axe de sollicitation. Le facteur de Schmid, qui représente la facilité du glissement plastique, de la majorité des grains est donc faible. Les éprouvettes en cuivre étiré paraissent « dures ». De plus, elles possèdent aussi un état d'écrouissage important. Le cuivre laminé à chaud est faiblement texturé. De plus, le laminage à chaud couplé au traitement thermique donnent au matériau un état d'écrouissage très faible.

La microstructure, la texture et l'état d'écrouissage des deux cuivrés étudiés, de composition chimique très proche, sont très différents. En conséquence, les propriétés mécaniques tels que la dureté, la limite d'élasticité et l'allongement à rupture sont également très différentes. En ce qui concerne la fatigue, on s'attend donc à conserver cette différence avec une résistance à la fatigue plus élevée pour le cuivre étiré que pour le cuivre laminé à chaud.

Chapitre III

DISPOSITIFS EXPERIMENTAUX

III.1 Essai de fatigue ultrasonique

III.1.1 Présentation de la machine de fatigue ultrasonique

Afin de réaliser des essais de fatigue accélérés, nous avons utilisé une machine de fatigue ultrasonique (Figure III.1.1). L'essai de fatigue ultrasonique est exécuté à une fréquence de 20 kHz. Cette fréquence élevée permet d'atteindre le domaine de la fatigue à très grand nombre de cycles avec une durée raisonnable. Par exemple, pour atteindre 10^9 cycles, il faut environ 14 heures avec une fréquence de 20 kHz alors qu'il faut plus de 4 mois à 100 Hz avec une machine hydraulique conventionnelle.

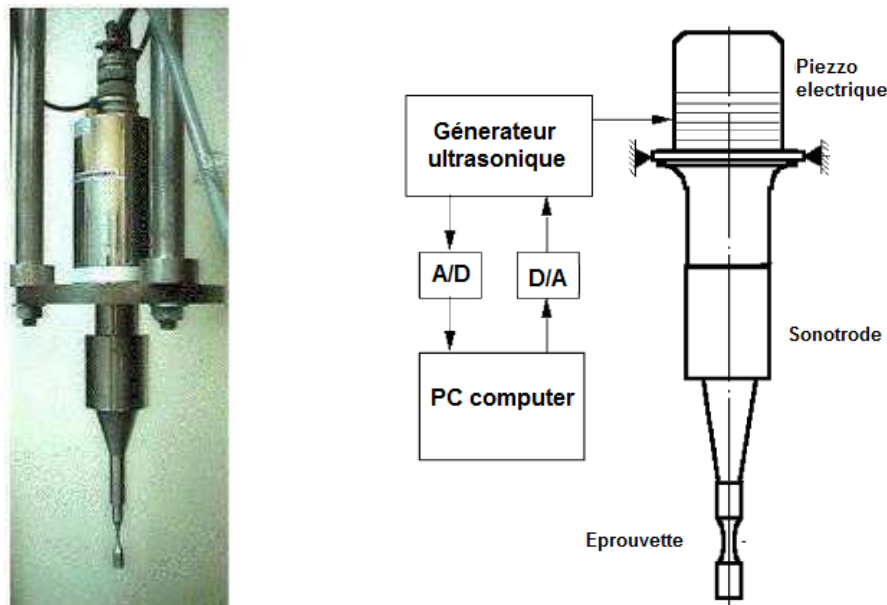


Figure III.1.1: Schéma de la machine de fatigue ultrasonique [Bathias 05]

La machine de fatigue ultrasonique se décompose en 4 éléments :

1. Un générateur de tension, piloté par un ordinateur, délivre une tension sinusoïdale à une fréquence d'environ 20 kHz.

2. Un convertisseur constitué d'un matériau piézoélectrique permet de transformer la tension délivrée par le générateur en une vibration mécanique longitudinale à la même fréquence. En fonction de la tension imposée par le générateur, l'amplitude de vibration de l'extrémité du convertisseur peut varier entre 1 μm et 15 μm .

3. Une sonotrode ultrasonique qui permet d'amplifier l'amplitude de vibration est placée à l'extrémité du convertisseur. Le coefficient d'amplification, qui est le taux entre le déplacement à l'extrémité libre de la sonotrode et le déplacement imposé par le piézoélectrique, et la gamme de l'amplitude de vibration à l'extrémité de la sonotrode dépend de sa géométrie. Deux géométries de sonotrode données sur la figure III.1.2 ont été utilisées dans cette étude. On trouve pour les sonotrodes cylindrique et conique respectivement des coefficients d'amplification 0,7 et 2.6.

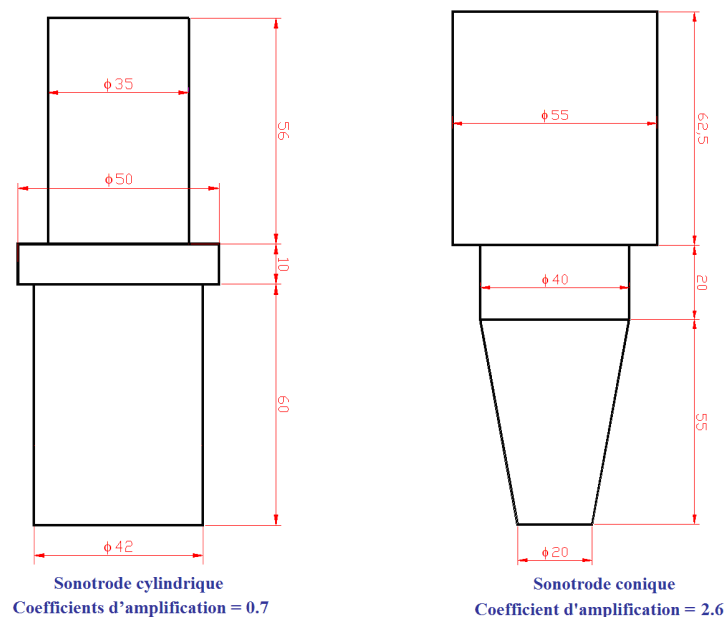


Figure III.1.2: Les sonotrodes utilisées dans cette étude
Les coefficients d'amplification des sonotrodes cylindrique et conique
sont respectivement égaux à 0.7 et 2.6

4. L'éprouvette est attachée sur l'autre extrémité de la sonotrode. Ce dispositif permet d'obtenir une contrainte moyenne nulle et donc un coefficient $R = \frac{\sigma_{\min}}{\sigma_{\max}}$ égal à -1.

Chaque élément dans la machine ainsi que l'éprouvette doivent être dimensionnés pour vibrer dans un mode longitudinal de traction compression à une fréquence de 20 kHz. La distribution des contraintes est calculée en fonction de la géométrie de l'éprouvette de fatigue ultrasonique et de la fréquence de vibration de la machine. L'amplitude de contrainte est maximale au milieu de l'éprouvette et diminue rapidement vers les deux extrémités alors que le centre de l'éprouvette est un nœud de vibration (amplitude du déplacement nulle). L'amplitude de contrainte maximale imposée au milieu de l'éprouvette peut varier entre 18 MPa et 300 MPa en fonction de l'amplitude de vibration du convertisseur, de la sonotrode utilisée et de la géométrie de l'éprouvette. Le calcul de ce ratio amplitude de contrainte, amplitude de déplacement à l'extrémité sera détaillé dans un paragraphe suivant. La machine est contrôlée pour travailler dans une plage de fréquence comprise entre 19.5 à 20.5 kHz. Dans le cas de l'apparition d'une fissure d'une longueur importante ou d'un échauffement important, la rigidité de l'éprouvette diminue, sa fréquence de vibration propre et la fréquence de vibration du système chutent. Quand celle-ci sort de la gamme [19.5 kHz - 20.5 kHz], la contrainte n'est alors plus contrôlée et le système s'arrête automatiquement.

Impact de la température

La température dans l'éprouvette est augmentée pendant l'essai de fatigue. Surtout, pendant un essai de fatigue ultrasonique, la fréquence de sollicitation est très élevée, de 20 kHz. La température dans l'éprouvette augmente donc très rapidement à forte amplitude de contrainte et entraîne une diminution de la durée de vie de fatigue. Pour éviter l'effet de la température en essai de fatigue ultrasonique, il existe 2 méthodes :

1. Solliciter l'éprouvette par des blocs - « pulse and pause » : L'éprouvette est sollicitée par des blocs d'un nombre de cycles déterminé et limité pour que la température de l'éprouvette n'augmente pas beaucoup. Le nombre de cycles de sollicitation dans chaque bloc dépend de l'amplitude de contrainte appliquée et du

matériau. Entre 2 blocs, la machine ne fonctionne plus et l'éprouvette se refroidit, à l'aide d'un jet d'air comprimé ou un ventilateur si nécessaire. En conséquence, la température dans l'éprouvette est entre 20°C et 25°C pendant les essais. [Zettl 00]

2. Refroidir avec de l'air comprimé : L'éprouvette est sollicitée en continu jusqu'à la rupture. Pendant les essais, l'éprouvette est refroidie par un jet d'air comprimé froid et sec de -3°C. La température de l'éprouvette est maintenue proche de la température ambiante pendant l'essai, sauf lors de la dernière phase avant la rupture, la phase de propagation de fissure, pendant laquelle la température de l'éprouvette augmente beaucoup. En régime de VHCF, la durée de cette phase est négligeable devant la vie de fatigue de l'éprouvette. Dans ce cas là, nous considérons que la température n'influence pas la durée de vie en fatigue de l'éprouvette.

La Figure III.1.3.a montre la différence entre la sollicitation par des blocs « pulse and pause » et la sollicitation en continu. En sollicitation par des blocs, le chargement est interrompu plusieurs fois. De plus l'amplitude de contrainte dans l'éprouvette varie pendant le régime transitoire et le régime d'amortissement.

Dans cette étude, pour éviter les variations de température pendant les essais de fatigue ultrasonique à forte amplitude de contrainte tous les essais à forte amplitude de déplacement imposée sont refroidis par un jet d'air froid et sec à l'aide d'un pistolet d'air refroidi (Référence Vortex - 25 SCFM/ 1/4"NPT) (Figure III.1.3.b). La température de l'air incident et le débit sont ajustés en fonction de l'amplitude de contrainte imposée. La température la plus faible donnée par le pistolet peut atteindre -30°C. L'éprouvette est sollicitée en continu à une amplitude de déplacement imposé constante jusqu'à la rupture.

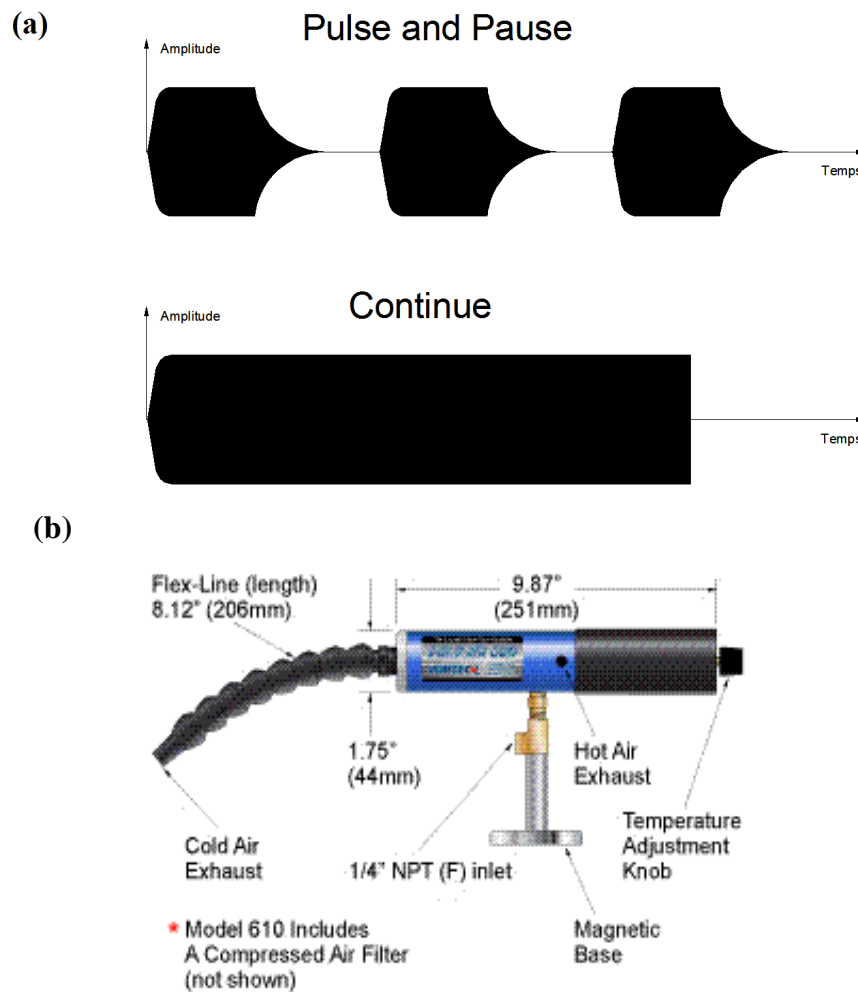


Figure III.1.3 : (a) Schéma d'essai de fatigue en « Pulse and Pause » et en continu
(b) Pistolet de l'air refroidi Vortex - 25 SCFM/ 1/4"NPT

III.1.2 Principe de dimensionnement des éprouvettes

III.1.2.1 Introduction

Deux géométries d'éprouvettes ont été utilisées dans cette étude : une éprouvette de géométrie cylindrique et une éprouvette de géométrie plate. L'éprouvette cylindrique est utilisée pour tracer la courbe S-N car elle permet de limiter au maximum les concentrations de contrainte et d'avoir une sollicitation relativement homogène au centre de la partie utile. L'éprouvette plate a été développée pour faciliter les observations microscopiques. L'éprouvette plate est utilisée pour étudier les premiers signes de plasticité par observation des bandes de glissement à la surface de l'éprouvette en microscopie optique, ou au MEB. La planéité de la surface des éprouvettes permet également d'analyser l'évolution de la surface des éprouvettes en lien avec la

microstructure par des analyses EBSD (Electron BackScatter Diffraction), de mesurer quantitativement l'évolution du relief de la surface de l'éprouvette par Microscope à Force Atomique (AFM). Elle permet également de s'affranchir des problèmes d'incidence lors de la mesure des champs de température par thermographie infrarouge.

Afin d'assurer une fréquence de vibration dans le premier mode libre longitudinal à 20 kHz, les éprouvettes doivent être bien dimensionnées. Ce dimensionnement permet également de déterminer le champ de contrainte le long de l'éprouvette.

III.1.2.2 Mise en équation du problème

Théorie de l'onde élastique longitudinale unidimensionnelle

Nous considérons ce problème unidimensionnel c'est-à-dire que nous prenons en compte uniquement des déplacements suivant l'axe de l'éprouvette. En conséquence, le déplacement et la surface de la section sont constants dans une section droite. Les coordonnées suivant l'axe de l'éprouvette seront noté x .

Nous supposons également que les déformations plastiques sont négligeables devant les déformations élastiques. Le comportement du matériau sera donc considéré comme élastique linéaire avec un module de Young isotherme noté E .

Nous considérons un tronçon compris entre deux sections d'abscisses respectives x et $x + dx$. Les déplacements en x et $x+dx$ seront notés respectivement $u(x,t)$ et $u(x+dx,t)$. La section d'abscisses x , notée $S(x)$, est soumise à une contrainte $-\sigma(x,t)$ de la part de la partie gauche. Tandis que la section d'abscisse $(x+dx)$, $S(x+dx)$, est soumise à une contrainte $\sigma(x + dx)$ de la part de la partie droite (Figure III.1.4). L'équation d'équilibre du tronçon d'éprouvette s'écrit :

$$S(x + dx) \cdot \sigma(x + dx, t) - S(x) \cdot \sigma(x, t) = \rho \cdot S(x) \cdot dx \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \quad (\text{III-1})$$

Avec ρ la masse volumique

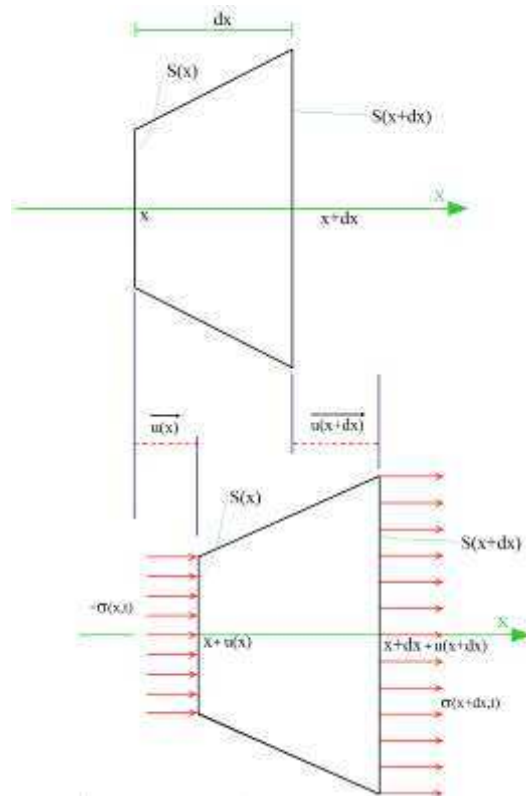


Figure III.1.4 Equilibre d'un tronçon d'éprouvette

L'équation précédente s'écrit également :

$$\frac{\partial S \cdot \sigma}{\partial x} = \rho \cdot S(x) \cdot \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \tag{III-2}$$

En utilisant la définition de la déformation unidimensionnel

$$\varepsilon = \frac{u(x + dx, t) - u(x, t)}{dx} = \frac{\partial u}{\partial x} \tag{III-3}$$

et la loi d'élasticité linéaire

$$\sigma = E \cdot \varepsilon = E \cdot \frac{\partial u}{\partial x} \tag{III-4}$$

nous obtenons :

$$S(x) \frac{\partial^2 u}{\partial x^2} + S'(x) \frac{\partial u}{\partial x} = S(x) \cdot \frac{\rho}{E} \cdot \frac{\partial^2 u}{\partial t^2} \tag{III-5}$$

Avec $c = \sqrt{\frac{E}{\rho}}$ la célérité des ondes sonores dans le milieu

En régime permanent, on suppose que le déplacement est de la forme suivant :

$$u(x,t) = U(x) \cdot \sin(\omega t) \quad (\text{III-6})$$

L'amplitude du déplacement vérifie alors l'équation différentielle suivante :

$$U''(x) + \frac{S'(x)}{S(x)} \cdot U'(x) + \frac{\rho \omega^2}{E} \cdot U(x) = 0 \quad (\text{III-7})$$

III.1.2.3 Cas particulier d'une barre cylindrique de section constante

Une solution analytique de l'équation (7) peut être trouvée simplement dans le cas d'une éprouvette cylindrique de section S constante de longueur L. L'équation d'équilibre s'écrit alors :

$$U''(x) + \frac{\rho \omega^2}{E} \cdot U(x) = 0 \quad (\text{III-7b})$$

Elle admet une solution de la forme

$$U(x) = A \cdot \cos(kx + \varphi) \quad (\text{III-8})$$

avec $k = \sqrt{\frac{\rho}{E}} \cdot \omega = \frac{\omega}{c}$ le nombre d'onde et A une constant qui dépend des conditions limites.

Cas d'une vibration longitudinale libre

Dans le cas d'une vibration longitudinale libre, il n'y a pas de contrainte appliqué en $x = 0$ et $x = L$. Les conditions aux extrémités sont :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial U}{\partial x}(0) = -Ak \sin \varphi = 0 \\ \frac{\partial U}{\partial x}(L) = -Ak \sin(kL + \varphi) = 0 \end{array} \right. \quad (\text{III-9})$$

Si l'on considère une amplitude A non nulle, on obtient

$$\varphi = 0 \quad (\text{III-10})$$

$$\text{Et} \quad kL = n\pi \quad (\text{III-11})$$

« n » étant un entière relatif. Le premier mode longitudinal correspond à $n = 1$. L'équation (11) permet d'établir le lien entre la géométrie de l'éprouvette (ici la longueur L) et la pulsation de la sollicitation.

$$\Leftrightarrow L = \frac{\pi}{k} = \frac{\pi \cdot \sqrt{E/\rho}}{\omega} = \frac{1}{2f_0} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (\text{III-12})$$

Avec f_0 est la fréquence de sollicitation qu'il faut correspond à l'éprouvette de longueur L

Cette relation permet de dimensionner la longueur de la barre cylindrique afin d'avoir une fréquence de vibration donnée. Dans les essais de fatigue ultrasonique, l'éprouvette est dimensionnée pour que la fréquence propre de l'éprouvette doive être égale à la fréquence imposée de la machine de 20 kHz.

Cas d'une vibration longitudinale forcée

Nous considérons ensuite la même éprouvette aux conditions limite comme dans un essais de fatigue ultrasonique : l'extrémités ($x = L$) est libre et à l'extrémité de $x = 0$, l'éprouvette est soumise à un déplacement longitudinal et plan sous forme de $U_0 \sin(\omega t)$ (Figure III.1.5). La pulsation imposée est égale à $\omega = 2\pi \cdot f$ et f est la fréquence actuelle du déplacement imposé.

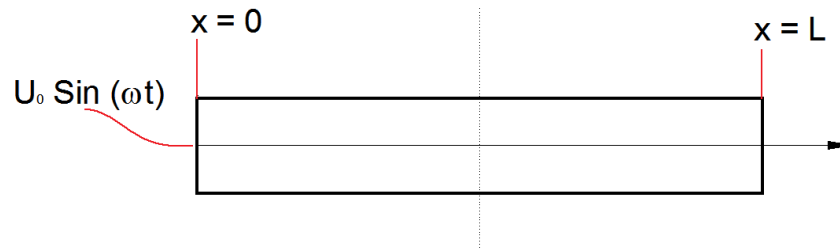


Figure III.1.5 : Epreuve cylindrique à section constante

Les conditions aux limites sont :

$$\begin{cases} u(0,t) = U_0 \sin(\omega t) \\ \frac{\partial u}{\partial x}(L,t) = 0 \end{cases} \tag{III-13}$$

La déformation en $x = L$ vaut :

$$\frac{\partial u}{\partial x}(L,t) = -A \cdot k \cdot \sin(kL + \varphi) \cdot \sin(\omega t) = 0 \tag{III-14}$$

$$\Rightarrow \sin(kL + \varphi) = 0 \quad \Leftrightarrow kL + \varphi = n\pi \quad \Leftrightarrow \varphi = n\pi - kL$$

avec n étant un nombre entier, pour le premier mode de vibration $n = 0$

$$\Leftrightarrow \varphi = -kL$$

Le déplacement à $x = 0$:

$$\frac{\partial u}{\partial x}(0,t) = A \cdot \cos(\varphi) \cdot \sin(\omega t) = U_0 \cdot \sin(\omega t) \tag{III-15}$$

$$\Rightarrow A \cdot \cos(\varphi) = U_0 \quad \Leftrightarrow A = \frac{U_0}{\cos(\varphi)}$$

Le déplacement le long de l'éprouvette :

$$\Leftrightarrow u(x,t) = \frac{U_0}{\cos(-kL)} \cos(kx - kL) \cdot \sin(\omega t) \quad (\text{III-16})$$

L'amplitude de déformation et de contrainte le long de l'éprouvette :

$$\varepsilon(x,t) = \frac{\partial u}{\partial x} = -\frac{U_0}{\cos(-kL)} \cdot k \cdot \sin(kx - kL) \cdot \sin(\omega t) \quad (\text{III-17})$$

$$\sigma(x,t) = \varepsilon(x,t) \cdot E$$

La déformation est maximale au point $x = L - \frac{\pi}{2k}$

L'amplitude de déformation maximale dans l'éprouvette :

$$\varepsilon^{MAX} = -A \cdot k = -\frac{U_0}{\cos(\varphi)} \cdot \frac{\omega}{c} \quad (\text{III-18})$$

Le déplacement dans l'éprouvette en régime permanent est :

$$U(x) = \frac{U_0}{\cos(\pi - kL)} \cdot \cos(kx + \pi - kL) \cdot \sin(\omega t) \quad (\text{III-19})$$

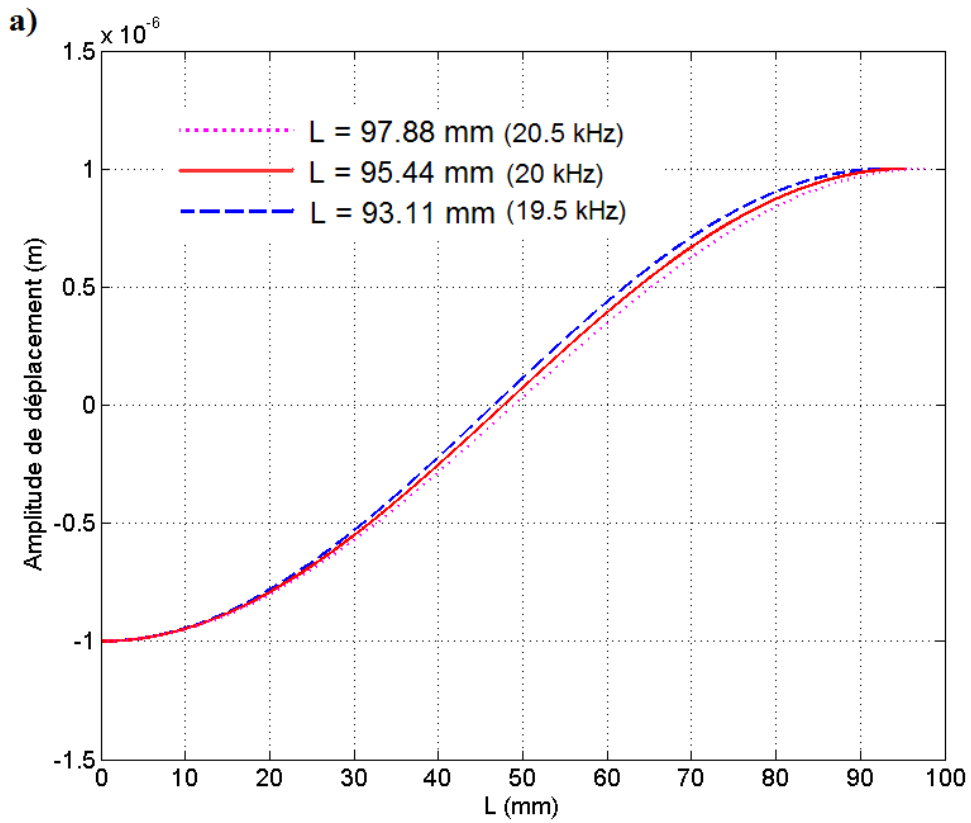
Il dépend de l'amplitude de déplacement imposé U_0 , de la pulsation imposé ω , du matériau (module d'Young E , poids volumique ρ) et de la longueur L de l'éprouvette.

Dimensionnement de l'éprouvette de fatigue ultrasonique cylindrique de section constante en cuivre pur.

On suppose que l'éprouvette cylindrique à section constante en cuivre pur ($E = 130$ GPa, $\rho = 8920$ kg/m³) supporte un déplacement longitudinal d'amplitude de $1 \mu\text{m}$ à l'extrémité de $x = 0$. Pour assurer un bon niveau de l'amplitude de contrainte maximale dans l'éprouvette, la machine est conçue pour travailler dans une plage de fréquence comprise entre 19.5 à 20.5 kHz. La longueur de l'éprouvette de fatigue ultrasonique de section constante et l'amplitude de contrainte maximale correspondent à la fréquence de 19.5 kHz, 20 kHz et 20.5 kHz sont présentés dans le tableau III.1.1. En conséquence, la tolérance de la longueur de l'éprouvette est d'environ ± 1.07 mm. Les distributions de l'amplitude de déplacement et de contrainte sont déterminées par les équations (III-17) et (III-19). Elles sont présentées dans la figure III.1.6. L'amplitude de contrainte maximale dans l'éprouvette est limitée entre 43.87 MPa et 41.73 MPa (42.77 ± 1.07 MPa) au milieu de l'éprouvette.

Tableau III.1.1 Longueur de l'éprouvette de fatigue ultrasonique de section constante et l'amplitude de contrainte maximale correspondant à la fréquence de 19.5 kHz, 20 kHz et 20.5 kHz

| f (Hz) | L (mm) | $\Delta\sigma/2$ max (par 1 μm de déplacement) | $\Delta\sigma/2$ à x=0 |
|--------|--------|--|------------------------|
| 20000 | 95.44 | 42.80 | 0 |
| 20500 | 97.88 | 41.73 | 0 |
| 19500 | 93.11 | 43.87 | 0 |



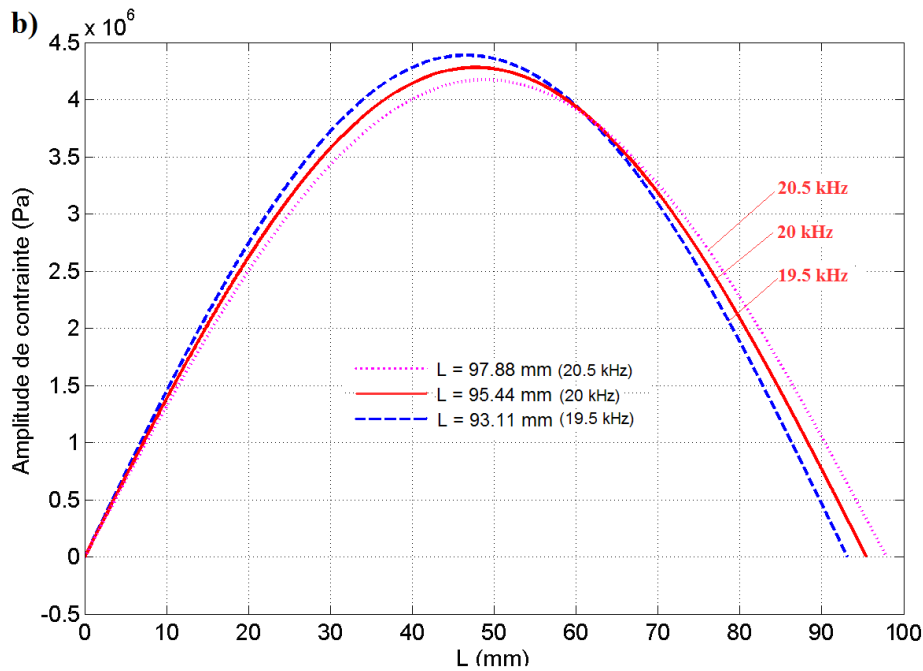


Figure III.1.6 Distribution de l’amplitude de déplacement (a) et l’amplitude de contrainte (b) le long de l’éprouvette en mode libre correspond à la fréquence de 19.5 kHz, 20 kHz et 20.5 kHz

Quand la fréquence appliquée, qui dépend non seulement de l’éprouvette mais aussi de la sonotrode et du piézoélectrique, est différente de la fréquence propre de l’éprouvette, l’amplitude de déformation/contrainte à $x=0$ est différente à 0.

Surtout, quand $\cos(\varphi) = 0 \Leftrightarrow \varphi = \pi - kL = \frac{\pi}{2}$

$$\Leftrightarrow L = \frac{\pi}{2k} = \frac{\pi \cdot \sqrt{E/\rho}}{2\omega} = \frac{1}{4f} \sqrt{\frac{E}{\rho}} \tag{III-20}$$

Le déplacement maximal et la déformation maximale dans l’éprouvette dans ce cas atteignent infinis. Dans ce cas l’éprouvette est sollicitée en mode résonance.

La distribution de l’amplitude de contrainte et l’amplitude de contrainte maximale dans les 3 éprouvettes de différente longueur, dont la fréquence propre est respectivement de 19.5 kHz, 20 kHz et de 20.5 kHz (97.88 mm, 95.44 mm et 93.11 mm de long), à différentes fréquence imposée sont présentée dans le tableau III.1.2. L’amplitude de contrainte le long de l’éprouvette à différente longueur correspond une fréquence sollicité à 20 kHz est montrée sur la figure III.1.8.

Ce résultat prouve que l’influence à l’amplitude de contrainte maximale de la longueur de l’éprouvette est moins importante que celle de la fréquence imposée.

Tableau III.1.2 Amplitude de contrainte maximale dans les 3 éprouvettes (97.88 mm, 95.44 mm et 93.11 mm de long) à différente fréquence imposée (19.5 kHz, 20 kHz et 20.5 kHz)

| L (mm) \ f (Hz) | 97.88 | 95.44 | 93.11 |
|-----------------|----------------------------|----------------------------|----------------------------|
| 20500 | 41.73 ($f = f_0$) | 41.86 | 42.22 |
| 20000 | 42.94 | 42.80 ($f = f_0$) | 42.93 |
| 19500 | 44.45 | 44.00 | 43.87 ($f = f_0$) |

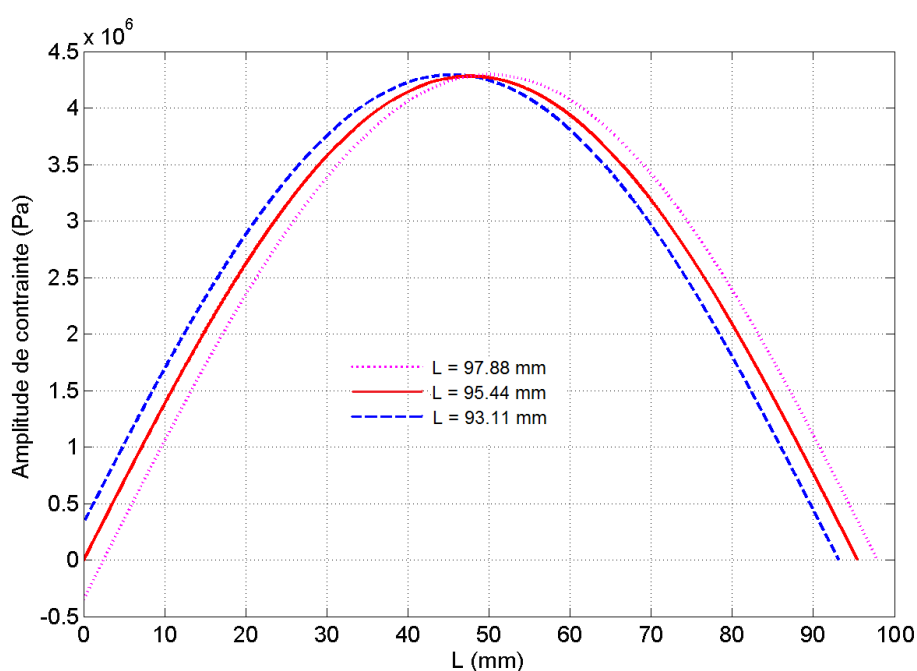


Figure III.1.8. L'amplitude de contrainte le long de l'éprouvette à 20 kHz correspond à différente longueur

Quand la fréquence sollicitée imposée est différente avec la fréquence propre de l'éprouvette, l'amplitude de contrainte à $x = 0$ est non-nul. La machine est fabriquée pour travailler dans la gamme de 19.5 kHz à 20.5 kHz. Cela limite l'incertitude de l'amplitude de contrainte maximale désirée dans l'éprouvette. Elle est environs ± 1 MPa au milieu de l'éprouvette pour une géométrie donnée de l'éprouvette.

III.1.2.4 Dimensionnement des éprouvettes à section variable

Dans le cas de nos éprouvettes à section variables (éprouvette cylindrique et plate) l'équation (7) ne peut plus être résolue analytiquement. Il est alors nécessaire d'utiliser une méthode numérique pour obtenir les amplitudes des contraintes et de déplacement.

La longueur de l'éprouvette selon l'axe x est alors discrétisée en (N-1) intervalles Δx . En chaque nœud i , $i \in [1, N]$, l'abscisse, le déplacement et la dérivée 1^{ère} et 2^{nde} du déplacement sont notés respectivement x_i , U_i , U'_i et U''_i .

Pour mettre le problème sous la forme d'un système linéaire du type $[A] \cdot \{U\} = [B]$, on utilise les différences finies à l'ordre 2 par une méthode explicite :

Dérivée seconde centrée :

$$U''_i = \frac{U_{i+1} + U_{i-1} - 2 \cdot U_i}{\Delta x^2} \quad (\text{III-21})$$

Dérivée première centrée :

$$U'_i = \frac{U_{i+1} - U_{i-1}}{2 \cdot \Delta x} \quad (\text{III-22})$$

Dérivée première à gauche :

$$U'_i = \frac{-U_{i-2} + 4 \cdot U_{i-1} - 3 \cdot U_i}{2 \cdot \Delta x} \quad (\text{III-23})$$

En utilisant l'équation (7) et les équations (22) (23), nous obtenons :

$$\alpha \cdot U_i + \beta_i \cdot U_{i+1} + \gamma_i \cdot U_{i-1} = 0 \quad (\text{III-24})$$

avec

$$\alpha = -\frac{2}{\Delta x^2} + \frac{\rho \omega^2}{E} ; \quad \beta_i = \frac{1}{\Delta x^2} + \frac{S_{i+1} - S_{i-1}}{4 \cdot S_i \cdot \Delta x^2} ; \quad \gamma_i = \frac{1}{\Delta x^2} - \frac{S_{i+1} - S_{i-1}}{4 \cdot S_i \cdot \Delta x^2} \quad (\text{III-25})$$

La condition limite en $x = 0$, correspond à une amplitude de déplacement U_0 imposée

$$U_1 = U_0 \quad (\text{III-26})$$

En $x = L$, la contrainte doit être nulle, d'où

$$U'_N = -U_{N-2} + 4 \cdot U_{N-1} - 3 \cdot U_N = 0 \quad (\text{III-27})$$

Cela revient à résoudre :

$$[A] \cdot [U_i] = [B]$$

$$\Leftrightarrow \begin{bmatrix} 1 & 0 & 0 & 0 & 0 & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & 0 \\ \gamma_2 & \alpha & \beta_2 & 0 & 0 & & & & & & \vdots \\ 0 & \gamma_3 & \alpha & \beta_3 & 0 & & & & & & \vdots \\ \vdots & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & & & & \vdots \\ \vdots & & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & & & \vdots \\ \vdots & & & \ddots & \ddots & \ddots & \ddots & & & & \vdots \\ \vdots & & & & \ddots & \ddots & \ddots & & & & \vdots \\ \vdots & & 0 & & \ddots & \ddots & \ddots & & & & \vdots \\ \vdots & & & & & 0 & \gamma_{N-2} & \alpha & \beta_{N-2} & 0 & U_{N-2} \\ \vdots & & & & & & 0 & 0 & \gamma_{N-1} & \alpha & \beta_{N-1} & U_{N-1} \\ 0 & \dots & \dots & \dots & \dots & \dots & 0 & 0 & -1 & 4 & -3 & U_N \end{bmatrix} \begin{pmatrix} U_1 \\ U_2 \\ U_3 \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ U_{N-2} \\ U_{N-1} \\ U_N \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} U_0 \\ 0 \\ 0 \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ \vdots \\ 0 \\ 0 \\ 0 \end{pmatrix} \quad \text{(III-28)}$$

Les déplacements aux nœuds sont :

$$[U_i] = [A]^{-1} \times [B] \quad \text{(III-29)}$$

Les déformations et les contraintes aux nœuds sont :

$$\varepsilon_i = \frac{U_{i+1} - U_{i-1}}{2 \cdot \Delta x} \quad \text{et} \quad \sigma_i = E \cdot \left(\frac{U_{i+1} - U_{i-1}}{2 \cdot \Delta x} \right) \quad \text{(III-30)}$$

En conséquence, l’amplitude de déplacement, et de déformation/contrainte le long d’une éprouvette de section variable peuvent être calculées. Elles ne dépendent que de la géométrie de l’éprouvette, du comportement mécanique du matériau et de la sollicitation imposée à l’une des extrémités. En conséquence, le dimensionnement de l’éprouvette de fatigue ultrasonique et la distribution de contrainte peuvent être déterminé indépendamment de la sonotrode. La fréquence introduite dans le calcul est la fréquence actuelle mesurée dans les essais. Le module d’Young du cuivre pur unidimensionnel en essai de fatigue ultrasonique est pris égal à 130 GPa selon [Stefanie Stanzl-Tschegg et als 2007].

III.1.3 Dimensionnement et calcul de distribution de contrainte dans les éprouvettes de fatigue ultrasonique

III.1.3.1 Eprouvette cylindrique

* Pré-dimensionnement de l'éprouvette cylindrique :

Dans l'essai de fatigue ultrasonique, l'éprouvette cylindrique est l'éprouvette standard parce que l'amplitude de contrainte sur la surface de l'éprouvette d'une section en perpendiculaire avec l'axe de l'éprouvette est identique. L'éprouvette est attachée à la sonotrode par une vis de diamètre 5mm. Les dimensions de la partie à section variable L2 est fixée (L2=14,31mm) ainsi que les diamètres des deux extrémités ($R_2 = 5\text{mm}$) et celui du centre de la partie utile ($R_1=1,5\text{mm}$). La longueur des extrémités cylindriques L1 sont pré-calculées par méthode des éléments finis pour que la fréquence propre de l'éprouvette dans le premier mode de traction-compression soit égale 20 kHz. Une valeur de $L_1 = 7.36\text{ mm}$ a été trouvée. La géométrie est présentée en Figure III.1.9.

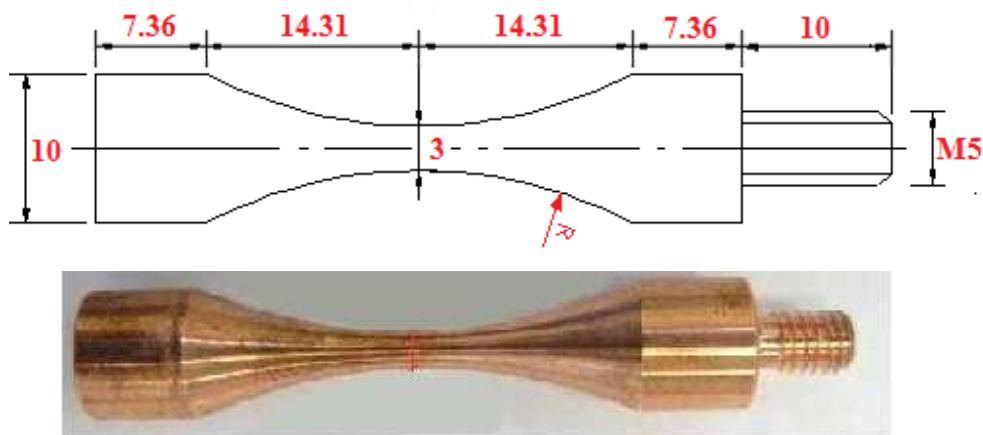


Figure III.1.9 Plan de l'éprouvette de fatigue ultrasonique cylindrique

* Distribution de déplacement et de la contrainte/déformation l'éprouvette cylindrique :

Une fois l'éprouvette est pré-dimensionnée celle-ci est testé sur la machine de fatigue ultrasonique. La fréquence de vibration du système (convertisseur piezo électrique, sonotrode et éprouvette) est de 19.88 kHz. Les amplitudes du déplacement de la déformation et de la contrainte le long de l'éprouvette sont déterminées par un calcul en vibration forcé à l'aide du modèle numérique unidimensionnel (présentée dans le paragraphe III.1.2.4) en prenant la

géométrie et la fréquence sollicité actuelle. Les distributions de l'amplitude de déplacement et de la contrainte le long de l'éprouvette sont représentées sur la figure III.1.10.

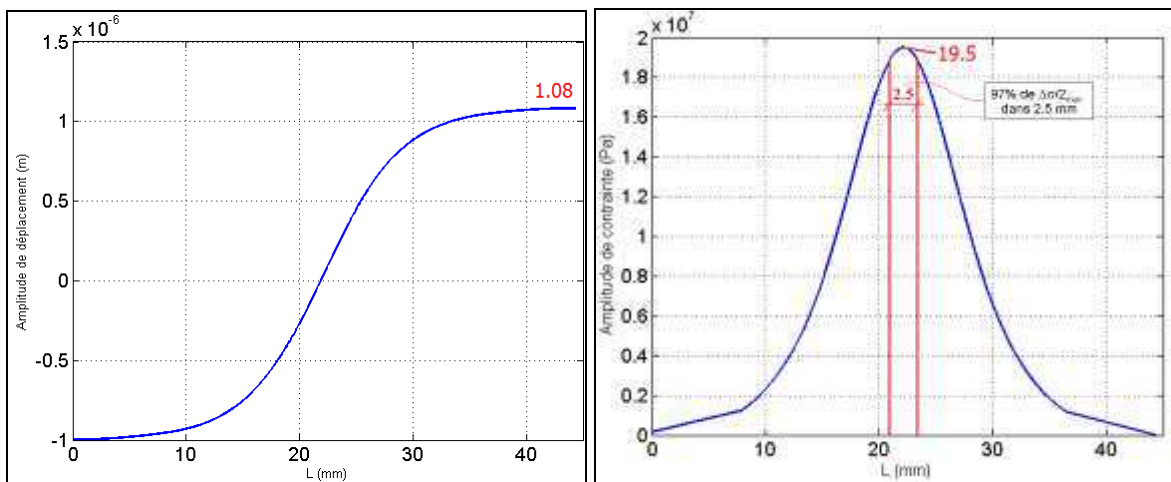


Figure III.1.10 L'amplitude de déplacement (a) L'amplitude de contrainte (b) le long de l'éprouvette de fatigue ultrasonique cylindrique calculé par méthode numérique 1D

L'amplitude de déformation/contrainte en $x = 0$ est proche de zéro. L'amplitude de contrainte est maximale en $x = 21.66$ mm ce qui reste proche du centre de l'éprouvette. Elle se diminue rapidement vers les extrémités. On peut considérer que la contrainte est quasiment constante (minimum 97% de la contrainte maximale) dans une zone de 2,5 mm de large située au centre de la partie utile. Pour une amplitude de déplacement de $1 \mu\text{m}$ à l'extrémité de $x = 0$, l'amplitude de déplacement à l'extrémité libre de l'éprouvette est égale à 1.08. L'amplitude de contrainte maximale dans l'éprouvette est de 19.5 MPa soit un ratio déplacement sur contrainte de 19,5 MPa/ μm .

Une simulation par calcul éléments finis a été fait ensuite avec le logiciel ABAQUS. A une extrémité, un déplacement de l'amplitude de $1 \mu\text{m}$ à la fréquence de 19.88 KHz. En conséquence, l'éprouvette est sollicitée en traction-compression.

La distribution de l'amplitude de la contrainte normale suivant l'axe de l'éprouvette ainsi que sont homogénéité dans la section centrale sont représentée sur la figure III.1.11. Dans la section centrale, la contrainte normale suivant l'axe de l'éprouvette est un peu plus grand au bord, i.e. sur la surface de l'éprouvette qu'au centre. La contrainte normale au centre vaut 96.3% par rapport celle au bord dans la section centrale.

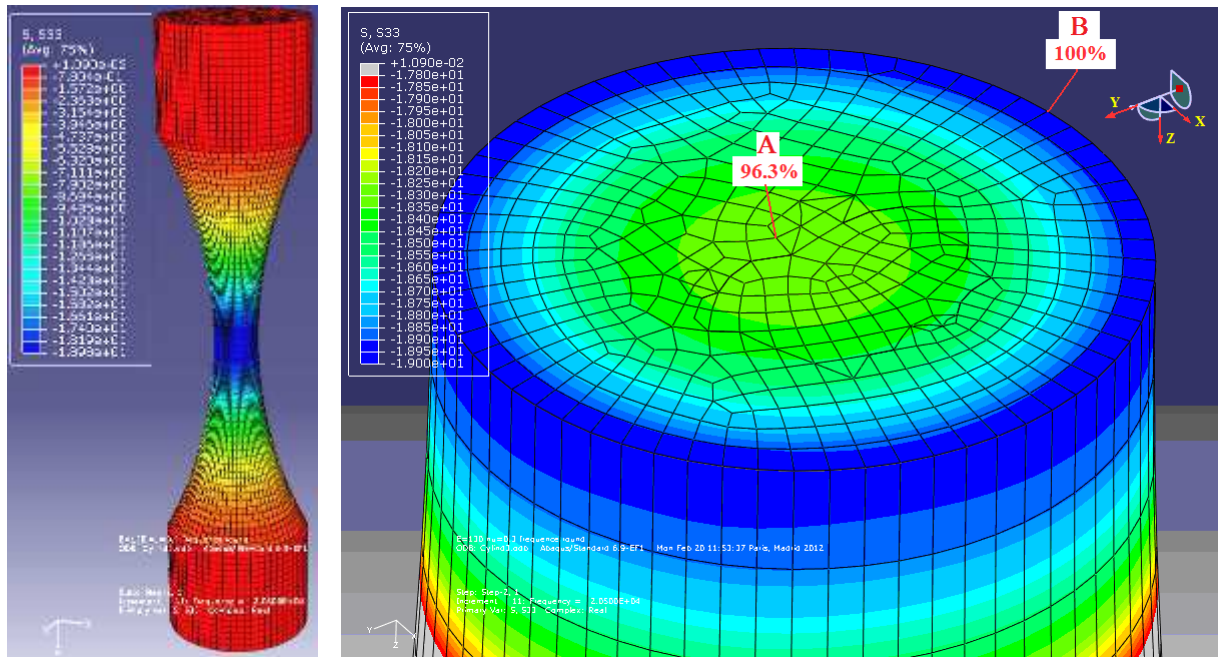


Figure III.1.11 La distribution de la contrainte normale le long de l'éprouvette (a) et en section la plus petite de l'éprouvette ultrasonique cylindrique (b)

Pour vérifier l'état de contrainte uni-axial dans l'éprouvette, la triaxialité des contraintes au centre de la partie utile et son homogénéité dans la section droite sont étudiées. La triaxialité est définie par l'équation :

$$\sigma_{\text{triaxialité}} = \frac{\frac{1}{3}(\sigma_{11} + \sigma_{22} + \sigma_{33})}{\sqrt{\frac{3}{2} \sum_{ij} \sigma_{ij} \sigma_{ji} - \frac{1}{2} (\sum_k \sigma_{kk})^2}} \quad (\text{III-31})$$

Dans le cas de contrainte uni-axial, la triaxialité est égal à 0.33.

La triaxialité vaut de 0.341 pour le point (B) sur la surface de l'éprouvette et de 0.350 pour le point (A) au centre de l'éprouvette. Le champ de contrainte dans l'éprouvette est donc considéré uni-axial.

III.1.3.2 Epreuve plate

* Pré-dimensionnement de l'éprouvette plate:

L'éprouvette de fatigue ultrasonique plate a la forme présentée sur la Figure III.1.12.

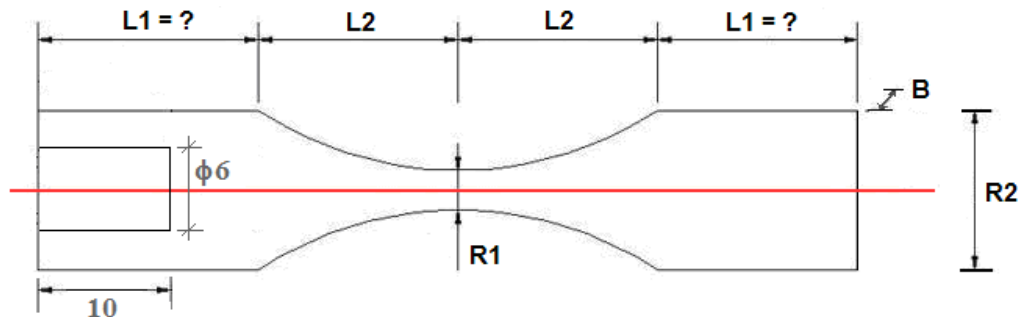


Figure III.1.12 Plan de l'éprouvette de fatigue ultrasonique plate

Les dimensions de la partie de section variable, l'épaisseur et la largeur maximale de l'éprouvette sont imposées : l'épaisseur $B = 2$ mm ; la largeur des extrémités $R2 = 6$ mm ; la largeur au centre de l'éprouvette $R1 = 3$ mm ; la longueur de la partie à section variable $L2 = 15$ mm. L'éprouvette plate est attachée à la machine de fatigue ultrasonique par une vis au niveau de l'une des extrémités. La vis, fabriquée en cuivre est soudée avec de l'étain sur l'éprouvette. Le dimensionnement de l'éprouvette est fait en tenant compte d'une cylindrique de diamètre de 6 et de longueur 10 mm attachée à une extrémité de l'éprouvette, qui sert à attacher l'éprouvette à la vis de diamètre de 5. Seule la longueur $L1$ est calculée pour que la fréquence propre de l'éprouvette en mode de traction-compression soit égale 20 kHz. La longueur des extrémités cylindriques $L1$ sont pré-calculées par méthode des éléments finis. La longueur des mors est donc déterminée à $L1 = 16.5$ mm pour que la fréquence de résonance en mode de traction-compression de l'éprouvette soit approximativement de 20 kHz. Les dimensions de l'éprouvette plate sont présentées dans la Figure III.1.13.

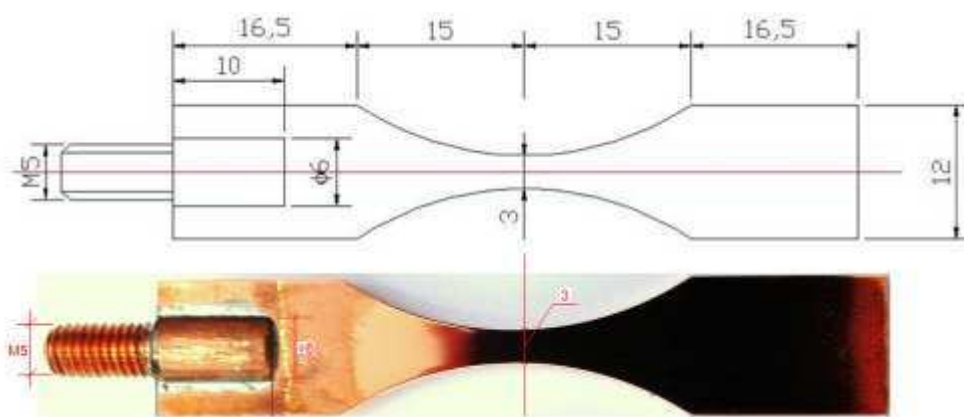


Figure III.1.13. Epreuve de fatigue ultrasonique plate en cuivre pur

* Distribution du déplacement et de la contrainte/déformation :

Le pré-dimensionnement et le dimensionnement de l'éprouvette plate sont identiques à ceux effectués avec l'éprouvette cylindrique à section variable. Après le pré-dimensionnement, l'éprouvette est placée sur la machine de fatigue ultrasonique. La fréquence de vibration du système est de 19,90 kHz. L'évolution de l'amplitude de déplacement et l'amplitude de contrainte axiale le long de l'éprouvette sont calculées avec la méthode numérique présentée dans le paragraphe III.1.2.4 pour une amplitude de déplacement de $1\mu\text{m}$ imposée sur l'une des extrémités à l'aide du modèle unidimensionnel en régime forcé avec prise en compte de la masse associée à la vis (Figure III.1.14).

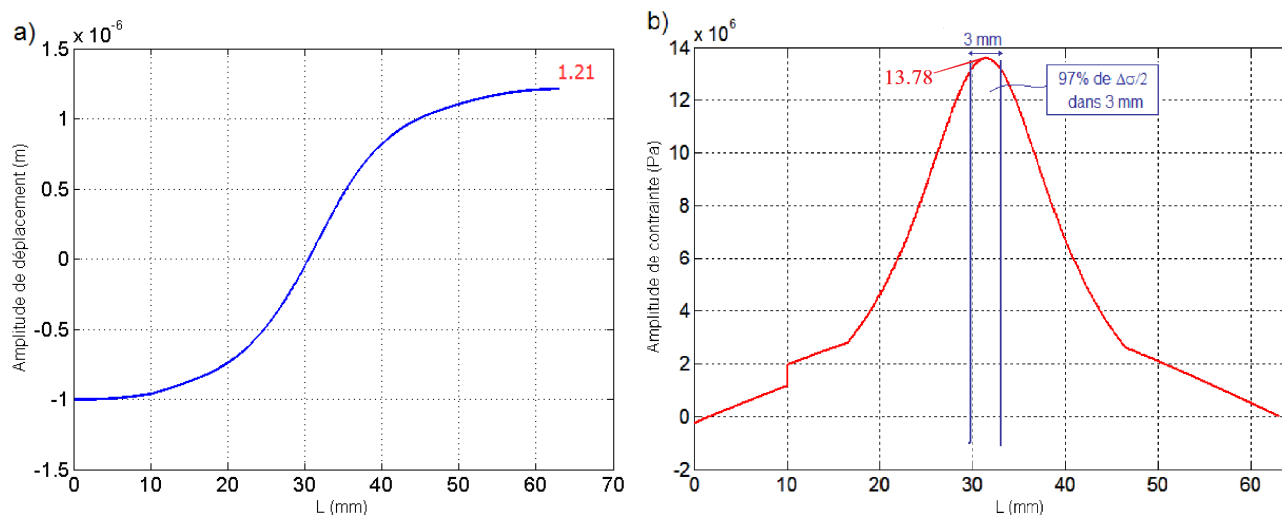


Figure III.1.14 (a) Amplitude de déplacement et (b) l'amplitude de contrainte axiale le long de l'éprouvette plate

Les allures des deux courbes sont identiques à celles obtenues pour l'éprouvette cylindrique. Le déplacement à l'extrémité libre de l'éprouvette est de $1.21\mu\text{m}$. Cette dissymétrie importante entre les deux extrémités est expliquée par la présence de la vis. L'amplitude de contrainte maximale au milieu de l'éprouvette est de 13.78 MPa pour une amplitude de déplacement imposé de $1\mu\text{m}$. Cette amplitude est proche de celle trouvée dans le cas de l'éprouvette cylindrique. A la distance de 1.5 mm du centre de l'éprouvette, l'amplitude de contrainte atteint 97% de la valeur maximale.

Une simulation éléments finis 3D avec le logiciel Abaqus a également été réalisée pour étudier le mode de sollicitation, la triaxialité et l’homogénéité des contraintes dans la section au centre de l’éprouvette en prenant à une extrémité, un déplacement d’amplitude 1 µm et une fréquence de 19.90 KHz. En conséquence, l’éprouvette est sollicitée en traction-compression. La figure III.1.15 montre la distribution de la contrainte suivant l’axe de l’éprouvette et sa distribution dans la section la plus petite au milieu de l’éprouvette.

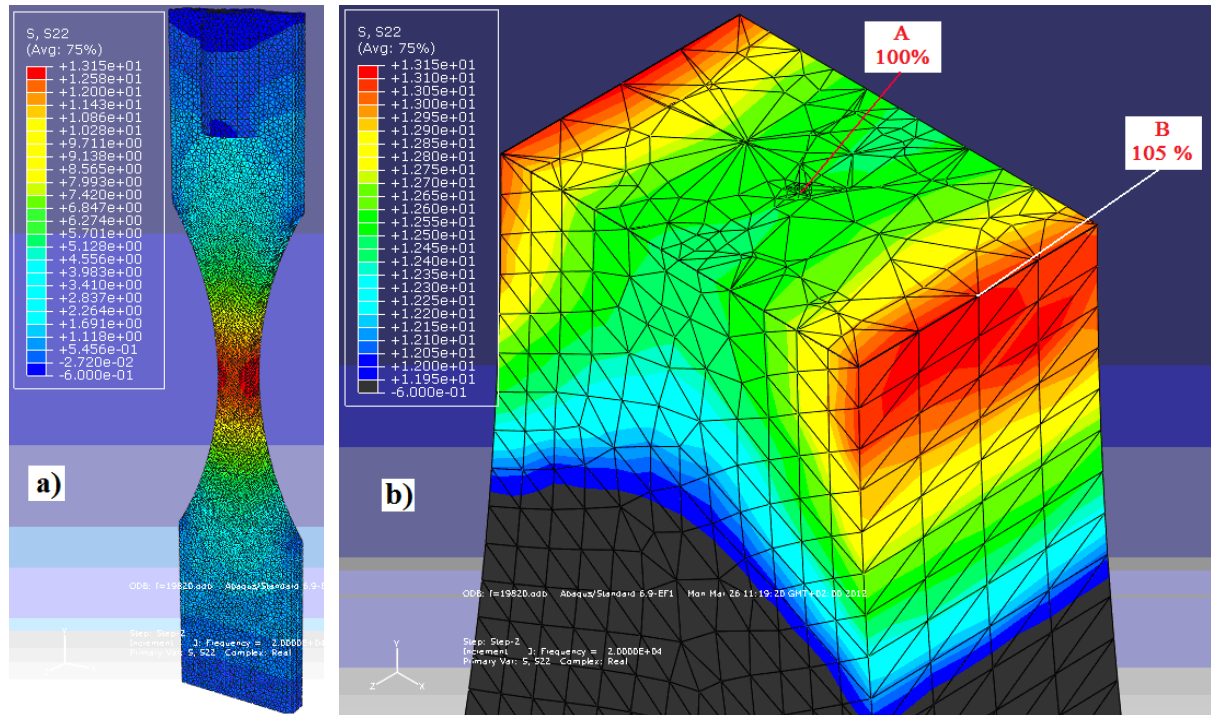


Figure III.1.15 (a) Contrainte axiale le long de l’éprouvette plate et (b) sa distribution dans la section la plus petite au milieu de l’éprouvette

Cette figure montre que la contrainte est uniforme dans l’épaisseur de l’éprouvette mais qu’elle plus importante sur les bords suivant la largeur de l’éprouvette. Le calcul par éléments finis nous permet de déterminer le coefficient de concentration de contrainte au bord dans la section la plus petite dans l’éprouvette plate. Ce coefficient est calculé par :

$$K = \frac{\sigma_{\max}}{\sigma} = 1.05 \tag{III-32}$$

avec σ_{\max} la valeur maximale de la contrainte située au bord de l’éprouvette.

σ la contrainte au centre de l’éprouvette

La triaxialité vaut de 0.3386 pour le point (B) au bord de l’éprouvette et de 0.3463 pour le point (A) au centre de l’éprouvette. Le champ de contrainte dans l’éprouvette est donc considéré uniaxial.

III.1.4 Etalonnage de la machine et mesure de la déformation dans l'éprouvette

L'ensemble du système de sollicitation (convertisseur, sonotrode et éprouvette) est calibré. Deux systèmes de calibration sont utilisés dans cette étude : un vibromètre laser et un système de jauges de déformation. Le principe de l'étalonnage est de déterminer, pour différentes tensions appliquées au convertisseur piézoélectrique, les déplacements en bout de sonotrode et d'éprouvette.

Mesure du déplacement par le vibromètre laser

La Figure III.1.16 présente le déplacement mesuré à l'extrémité libre de la sonotrode conique sans éprouvette pour une tension imposée au piézoélectrique de 1.816 V. L'amplitude du déplacement est de 5.9 μm et la fréquence est de 19988 Hz.

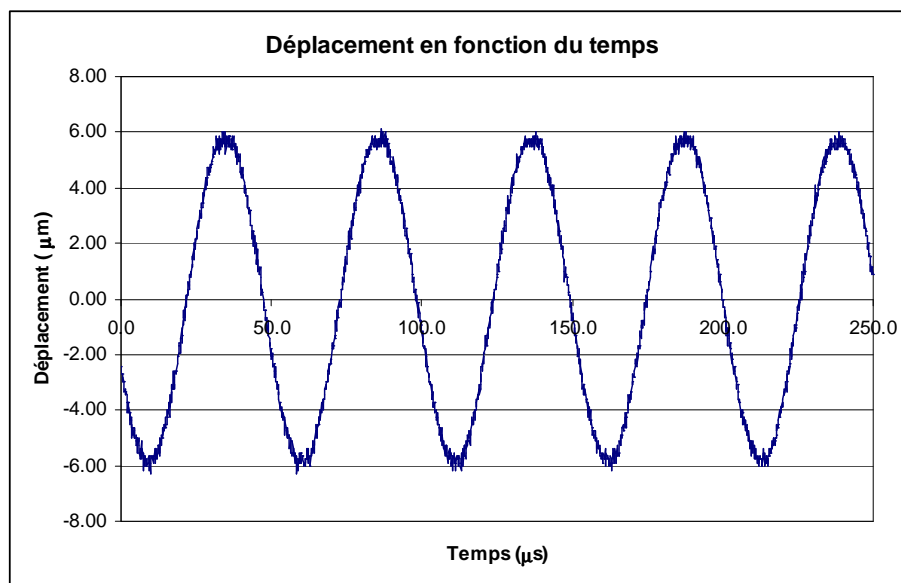


Figure III.1.16 Le déplacement mesuré en fonction du temps pour une tension de 1.816 V

L'amplitude de déplacement au bout de la sonotrode (extrémité libre de la sonotrode) correspondant à chaque niveau de tension appliqué au piézoélectrique est mesurée afin d'établir la courbe d'étalonnage. Chaque sonotrode a une courbe d'étalonnage et cette courbe est enregistrée dans le logiciel de contrôle de la machine. Dans les essais, nous donnons une amplitude de déplacement désirée au logiciel de contrôle et l'ordinateur applique la tension correspondante. En conséquence, à l'extrémité libre de la sonotrode, la machine donne un

déplacement sinusoïdal dont l'amplitude est égale à celle désirée. Les 2 courbes d'étalonnage des deux sonotrodes utilisées sont présentées dans la Figure III.1.17. On remarque la linéarité des deux courbes d'étalonnage. L'amplitude de déplacement à l'extrémité libre de la sonotrode est linéaire avec la tension appliquée au piézoélectrique.

Le ratio de la contrainte sur le déplacement à l'extrémité de chaque éprouvette déterminé dans le paragraphe III.1.17 permet de déterminer l'amplitude de la contrainte au centre de l'éprouvette.

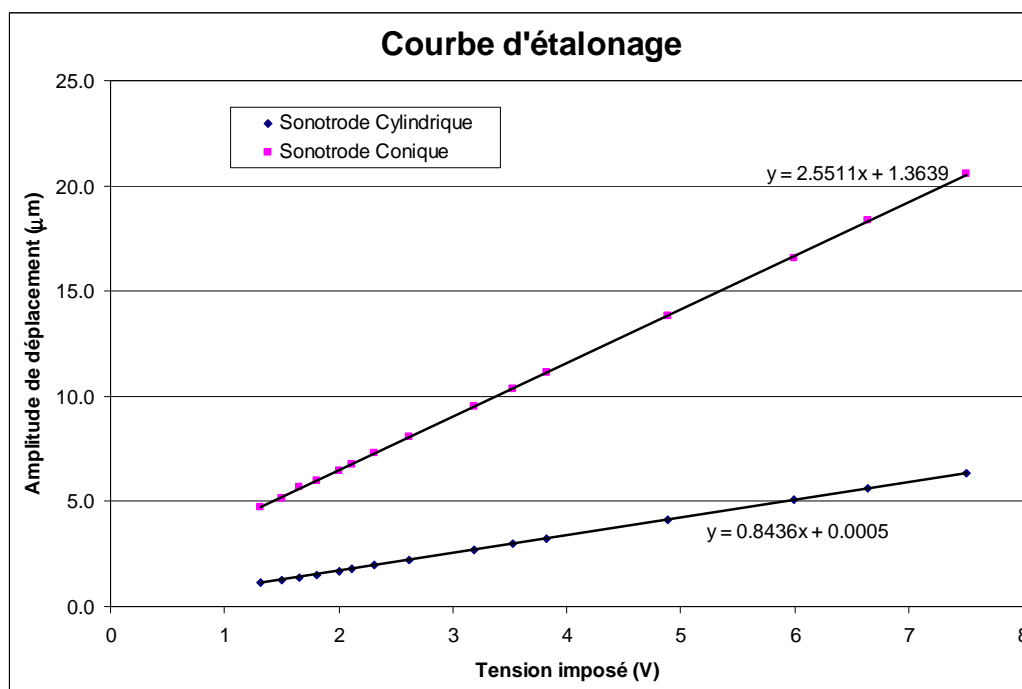


Figure III.1.17 Courbe d'étalonnage des deux sonotrodes

Le dispositif de mesure du déplacement permet également de visualiser le début de l'essai. Pour éviter toute surcharge lors des premiers cycles, la machine applique progressivement l'amplitude de consigne. La figure III.1.18 présente le régime transitoire pour une amplitude de déplacement de consigne égale à 18 µm. Nous observons que le régime transitoire dure environ 50 ms. Le temps du régime transitoire correspond à environ 1000 cycles de chargement.

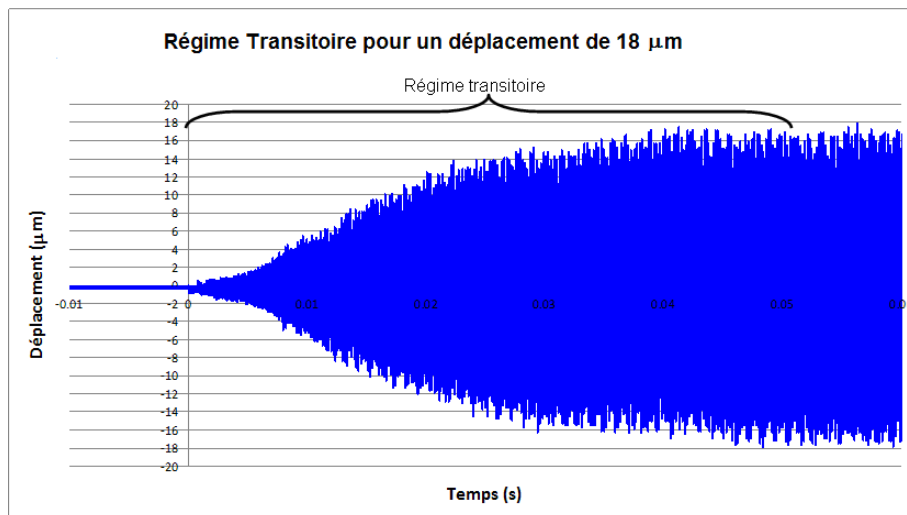


Figure III.1.18 Courbe d'étalonnage des deux sonotrode

L'éprouvette plate et l'éprouvette cylindrique sont montées sur la machine de fatigue ultrasonique. Le déplacement longitudinal au bout de la sonotrode (amplitude imposée) et à l'extrémité libre de l'éprouvette sont mesurés par le système laser et comparés.

Le rapport de l'amplitude du déplacement longitudinal à l'extrémité libre de l'éprouvette sur l'amplitude imposée est approximativement de 1,18 dans l'éprouvette plate et de 1.05 dans l'éprouvette cylindrique. Cela est cohérent avec le calcul numérique présenté dans la partie dimensionnement de l'éprouvette (III.1.3).

Le déplacement horizontal au milieu et à l'extrémité libre de l'éprouvette ont été aussi mesurés pour vérifier une éventuelle présence de flexion. Les signaux de déplacement horizontal sont plus faibles que la sensibilité du pointeur laser ($0.3 \mu\text{m}$). Nous considérons que les déplacements horizontaux dans les deux types de l'éprouvette sont nuls. Cela prouve que les éprouvettes sont sollicitées purement en mode traction/compression.

Etalonnage avec des jauges de déformation

La contrainte uni-axiale le long de l'axe de l'éprouvette est mesurée expérimentalement par des jauges pendant l'essai de fatigue ultrasonique. La référence de jauges utilisées est de KFG-1-120-C1-16. Les caractéristiques des jauges sont présentées dans le tableau III.1.3.

Tableau III.1.3 Caractéristiques des jauges utilisée

| | |
|-------------------------------------|----------------------|
| Taille de la base | 4,8 x 2,4 mm |
| Longueur | 1 mm |
| Largeur | ~ 1 mm |
| Résistance | 120 Ω |
| Température d'utilisation | -10° to 80° |
| Plage d'auto compensation thermique | 10° to 100° |
| Facteur de jauge | 2,1 |
| Expansion coefficient | 16.10-6 K-1 (cuivre) |

La jauge se compose d'un fil métallique très fin. Chaque métal a une résistance spécifique. Quand la jauge subit une force, le fil se prolonge et sa résistance augmente. Nous avons une équation :

$$\frac{\Delta R}{R} = K_s \frac{\Delta L}{L} = K_s \cdot \varepsilon \quad (33)$$

d'où K_s est le facteur de la jauge.

Pour mesurer la déformation uni-axiale (traction/compression) maximale au milieu de l'éprouvette pendant un essai de fatigue ultrasonique, deux jauges R1 et R3 placée sur chaque face de l'éprouvette sont montée en t de pont complet (Figure III.1.21). Ces deux jauges mesurent la déformation moyenne sur une surface de 1mm par 1mm. Les deux autres jauges R2 et R4 sont placées sur une éprouvette non sollicitée.



Figure III.1.21 Pont de Wheatstone est l'éprouvette avec 2 jauges R1 et R3 aux 2 côtés

Les jauges utilisées sont identique, nous avons donc : $R_1 = R_2 = R_3 = R_4$

Au début, à l'état sans sollicitation, le pont est équilibré :

$$e_0 = 0 \Leftrightarrow R_1 R_3 = R_2 R_4$$

La variation de la tension sortie est :

$$\Delta e_0 = \frac{E}{4} \left(\frac{\Delta R_1}{R_1} - \frac{\Delta R_2}{R_2} + \frac{\Delta R_3}{R_3} - \frac{\Delta R_4}{R_4} \right) = \frac{E}{4} (2 \cdot K_s \cdot \varepsilon) \quad (34)$$

d'où Δe_0 : variation de la tension sortie

E : tension imposé sur le pont

K_s : facteur de la jauge

ε : déformation mesurée

L'évolution de la variation de la tension sortie/ la tension imposée est mesurée au cours des essais (Figure III.1.23). Et l'équation (34) nous permet de déterminer la déformation maximale au centre de l'éprouvette.

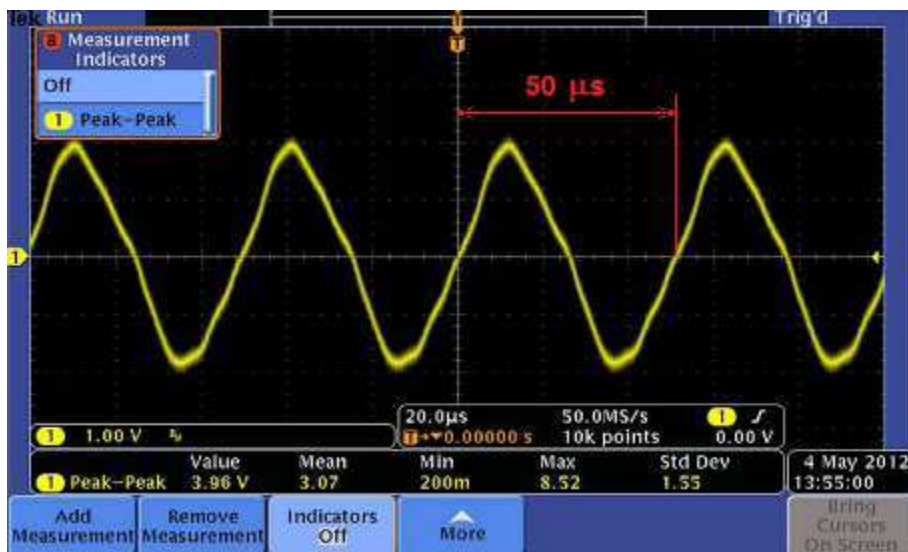


Figure III.1.23 La variation de la tension sortie/la tension imposée au cours des essais

La figure III.1.24 présente la courbe de l'amplitude de contrainte maximale dans l'éprouvette mesurée par des jauges et calculé par méthode numérique unidimensionnel en fonction de l'amplitude de déplacement imposé. La valeur mesurée trouve un bon accord avec la valeur calculée. Ce résultat a validé le calcul numérique utilisé. La distribution de l'amplitude de déplacement et de l'amplitude de contrainte le long de l'éprouvette a été bien contrôlée.

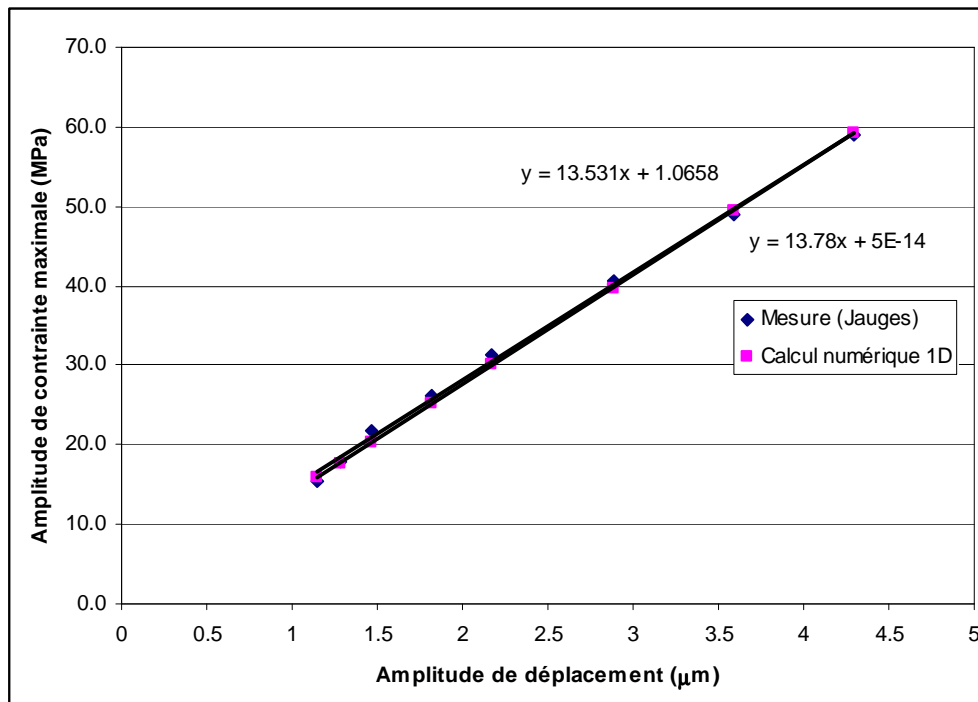


Figure III.1.24 L'amplitude de contrainte maximale dans l'éprouvette mesurée par des jauges et calculé par méthode numérique unidimensionnel en fonction de l'amplitude de déplacement imposé

En résumé, la procédure de dimensionner et estimer la contrainte dans les éprouvette de fatigue ultrasonique se compose de 3 étape suivant :

1. Le pré-dimensionnement est exécuté rapidement grâce au calcul numérique unidimensionnel sur Matlab. Le module d'Young du cuivre pur en essai de fatigue ultrasonique est pris dans la littérature et il est égal à 130 GPa. La géométrie de la partie méplate est pré-choisie. La longueur des mors de l'éprouvette pour que celle là vibre à 20 kHz est calculé par le calcul numérique 1D.
2. Un essai expérimental est exécuté avec une pré-dimensionnée éprouvette. La fréquence actuelle du système, y compris le piézo-électrique, la sonotrode et l'éprouvette de fatigue, est trouvée expérimentalement.
3. La distribution de l'amplitude de déplacement et de l'amplitude de déformation/contrainte le long de l'éprouvette est recalculée par le calcul numérique 1D. Que les mesures avec des jauges ont validées la précision du calcul.

III.2 Techniques d'observations et d'analyses

III.2.1. Microscope optique

La première observation à l'échelle microscopique est exécutée au microscope optique. Cet instrument permet de balayer rapidement une zone observation large avec un grossissement maximal de 500. De plus, l'apparence noir des traces de glissement nous permet de les détecter facilement (Figure III.2.1).

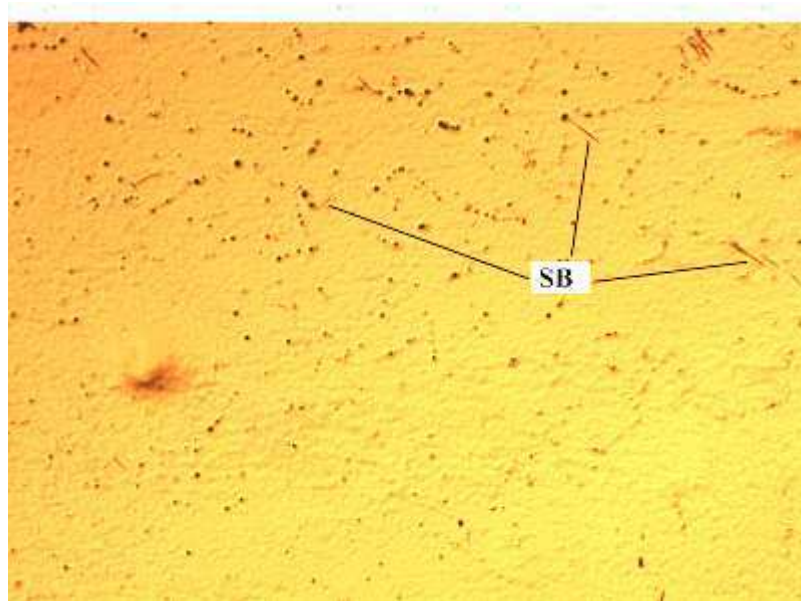


Figure III.2.1. Bandes de glissement sur la surface d'une éprouvette observée sur MO

III.2.2. Microscopie électronique à balayage

La microscopie électronique à balayage (MEB) est basée sur le principe d'interactions des électrons avec la matière suite au bombardement d'un échantillon conducteur par un très fin faisceau d'électrons incidents.

La Figure III.2.2 représente le schéma d'un MEB qui comporte deux parties : à gauche, la colonne composée du canon à électrons, et à droite l'écran cathodique de visualisation des images.

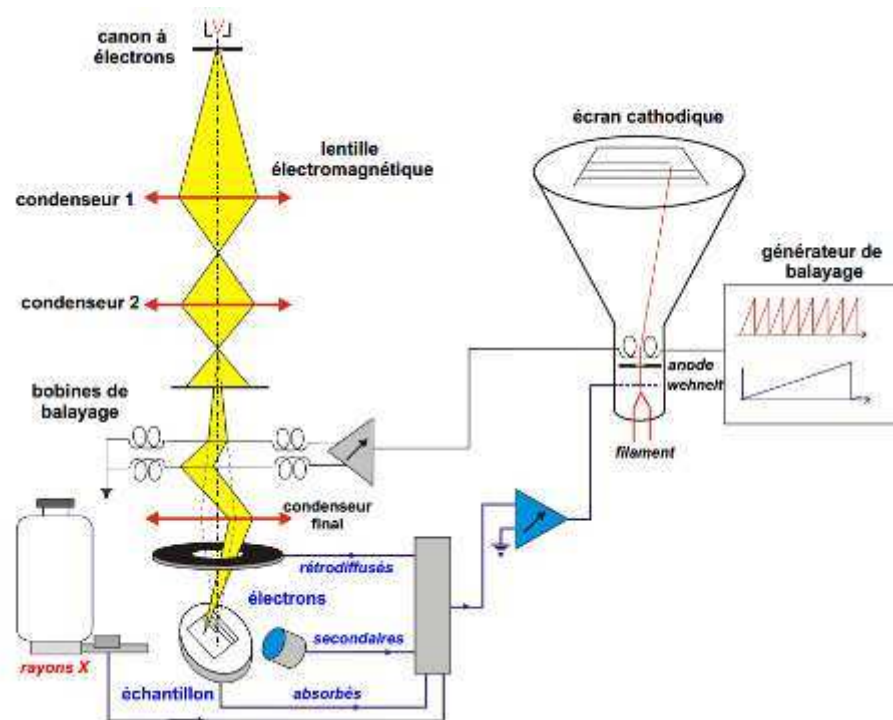


Figure III.2.2. Schéma de principe de la microscopie électronique à balayage [France-optique]

La commercialisation de cette technique depuis les années 1960, et la forte profondeur de champ dont elle dispose, fait d'elle un outil incontournable dans la caractérisation des matériaux. C'est l'outil de loin le plus utilisé pour observer le relief de surface résultant des mécanismes d'endommagement en fatigue et pour analyser les surfaces de rupture des éprouvettes.

Pour notre étude, nous avons réalisé des observations sur un microscope électronique à balayage HITACHI S3600, principalement en électrons secondaires, sous une tension d'accélération de 15 kV. Le MEB nous permet d'observer à un grossissement important des bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette. Il y a 2 détecteurs « lower » et « upper » positionnés différemment par rapport à la surface à observer. Le détecteur « upper » permet d'observer un bon contraste sans effet d'ombrage. Au contraire, le détecteur « Lower » offre une observation avec effet d'ombrage, l'information du relief de la surface est donc bien présentée. (Figure III.2.3)

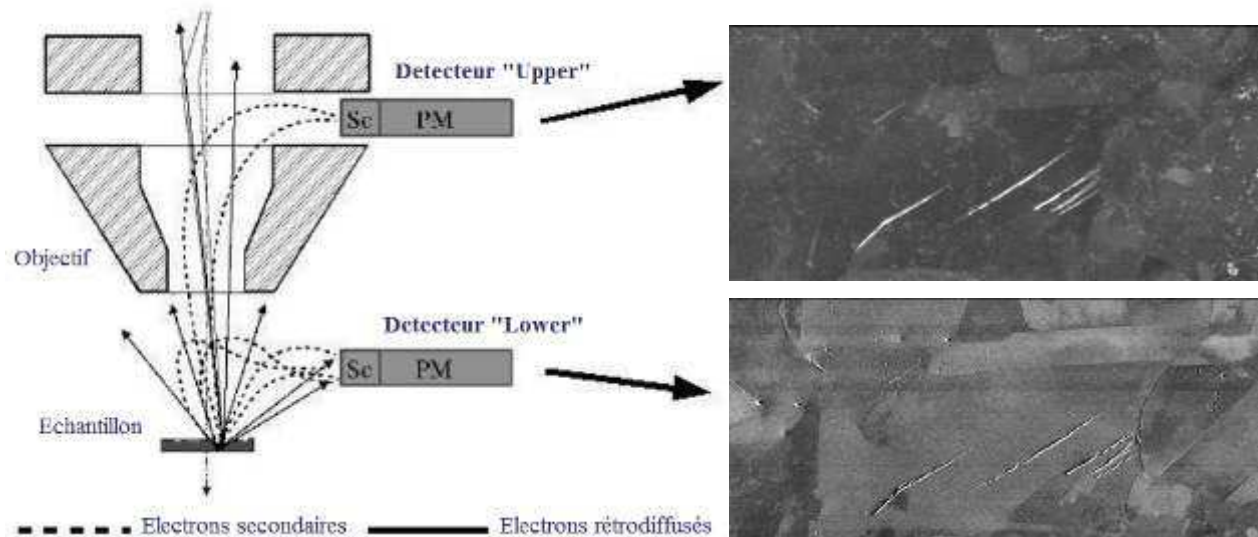


Figure III.2.3 Bandes de glissement en fatigue du cuivre observé sur MEB par détecteur « Upper » et « Lower »

En fatigue, un relief de surface est créé par l'émergence de bandes de glissement. Le MEB permet de caractériser la morphologie des marques résultant de l'émergence de ces bandes en surface (leur allure, leur épaisseur, leur direction, leur inclinaison par rapport à l'axe de sollicitation). Le bon contraste du détecteur « Upper » permet de détecter des bandes de glissement très fines que l'on n'observe pas sur microscope optique. En revanche il ne permet pas de rendre compte de la hauteur ces marques, et de l'évolution de cette hauteur en cours d'essai. Ce relief peut être observé et mesuré par microscopie à force atomique (AFM).

III.2.3. Technique EBSD

Plusieurs méthodes peuvent être utilisées pour mesurer des orientations locales au sein d'une microstructure. Mais, l'une d'entre elles est devenue un outil très répandu dans les laboratoires universitaires et industriels, la diffraction des électrons rétrodiffusés (Electron BackScattered Diffraction, EBSD) dans un microscope électronique à balayage (MEB). Depuis les années 1990, avec une version entièrement informatisée, on peut maintenant mesurer des cartographies d'orientations (reconstruction de la microstructure à partir de la mesure des orientations cristallographiques).

Les orientations cristallographiques locales des grains des matériaux mono- ou polycristallins sont déterminées par la technique de diffraction des électrons rétrodiffusés

(Electron Back Scattered Diffraction, EBSD) associée à la microscopie électronique à balayage. Cette technique est mise en œuvre en équipant un microscope électronique à balayage d'un détecteur EBSD spécifique. Dans le cas d'un polycristal, lorsque le faisceau d'électrons est focalisé sur une zone de l'échantillon à analyser, une partie des électrons est rétrodiffusée et diffracte sur les plans cristallins jusqu'à fournir, sur un écran de phosphore, un diagramme de diffraction constitué de pseudo-bandes dites de Kikuchi, caractéristiques de l'orientation du grain analysé (Figure III.2.4). Les figures formées par ces bandes sont appelées diagramme de diffraction de Kikuchi. En réalité, les électrons diffractent selon deux hyperboles, mais dans l'approximation des petits angles, on voit deux lignes quasi droites et parallèles. Chaque paire de lignes correspond à une famille de plans du cristal impacté et la distance interréticulaire est reliée à leur espacement. A partir de ce diagramme de Kikuchi, on peut obtenir l'orientation cristallographique locale et le paramètre de maille du cristal. D'un point de vue pratique, l'échantillon à analyser est incliné de 70° par rapport au faisceau incident, de façon à recueillir le maximum d'électrons rétrodiffusés au niveau du détecteur. Une cartographie des orientations des grains est obtenue en balayant avec le faisceau d'électrons la surface de l'échantillon. Cette technique possède une résolution spatiale d'une centaine de nm et une précision de quelques degrés. Une bonne mesure n'est possible que sur un échantillon poli et non écroui.

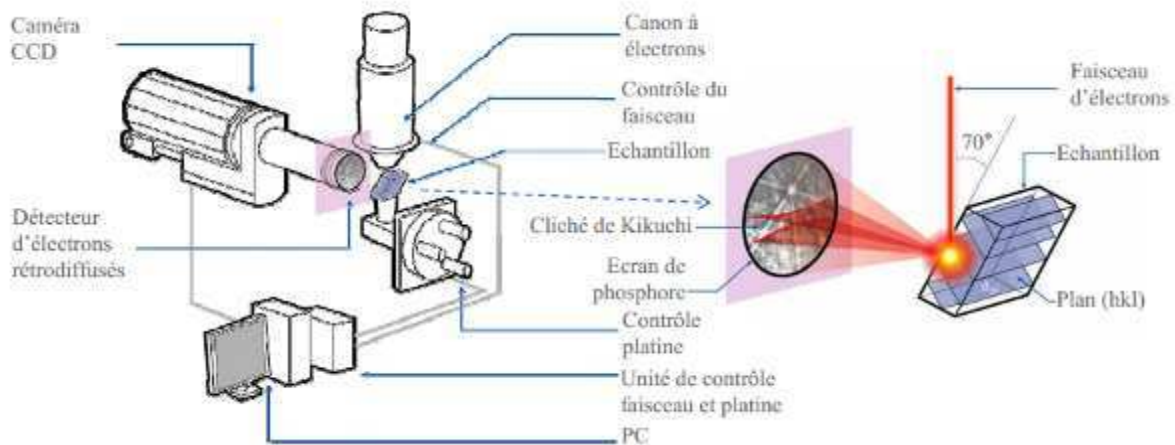


Figure III.2.4. Schéma d'une installation de diffraction des électrons rétrodiffusés, et diagramme de diffraction de Kikuchi [EBSD]

* Orientation :

L'orientation d'un pixel est connue par ses angles d'Euler (φ_1 , Φ , φ_2) par rapport au repère de référence de l'éprouvette. L'orientation d'un cristal dans le repère de référence de l'éprouvette est illustrée sur la figure III.2.5. Le repère associé à l'éprouvette (SP), (signifie « sample »), (E_1 , E_2 , E_3) est le repère global et le repère associé au cristal (C), (e_1 , e_2 , e_3) est le repère local. L'intersection de la surface ($E_1 E_2$) et la surface ($e_1 e_2$) est appelé la ligne des nœuds (N). Cette ligne est en perpendiculaire à 2 axes : l'axe E_3 et l'axe e_3 . Les 3 angles φ_1 , Φ , φ_2 sont les angles d'Euler du cristal définis par Bunge [Bunge 82] (Figure III.2.6): φ_1 est l'angle entre l'axe E_1 et la ligne de nœuds ; Φ est l'angle entre l'axe E_3 et l'axe e_3 ; φ_2 est l'angle entre la ligne de nœuds et l'axe e_1 . Les angles φ_1 et φ_2 sont définis entre 0 et 2π et Φ est définis entre 0 et π . La figure III.2.7 présente la définition de ces 3 angles. Après 3 rotations, on passe des coordonnées globales associées à l'éprouvette (E_1 , E_2 , E_3)^{SP} aux coordonnées locales du cristal (e_1 , e_2 , e_3)^C.

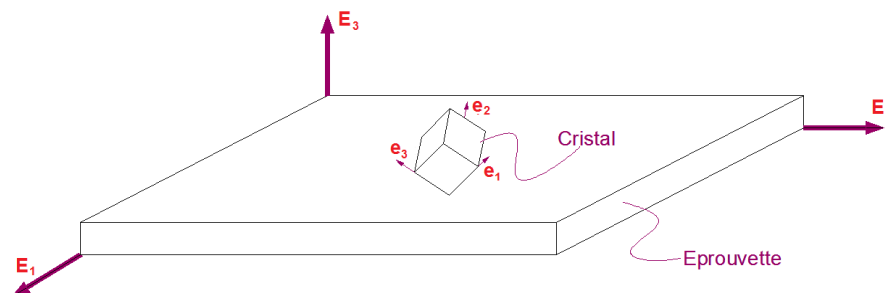


Figure III.2.5 L'orientation d'un cristal dans le système de coordonnées de référence associé à l'éprouvette

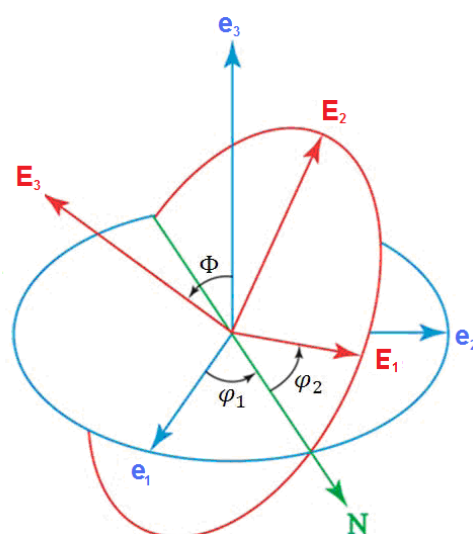


Figure III.2.6 Angles d'Euler

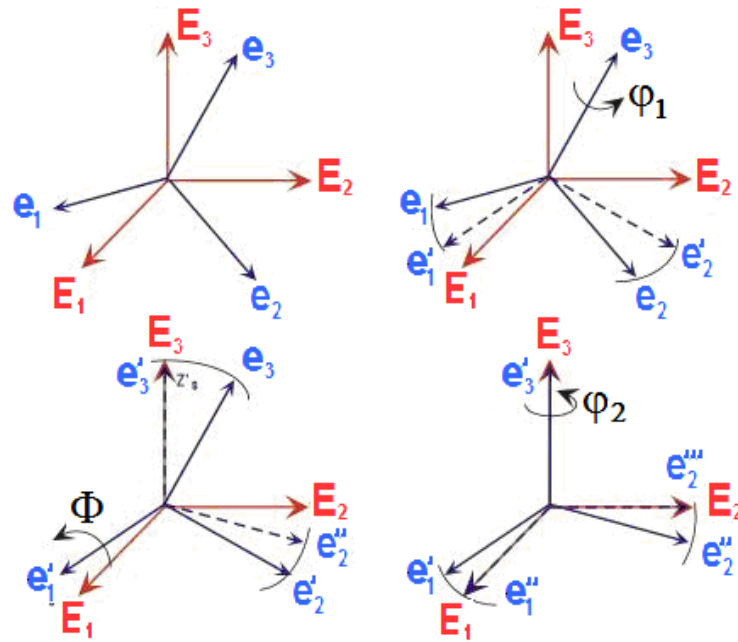


Figure III.2.7 Les trois rotations qui permettent de définir l'orientation d'un cristal dans le repère de l'éprouvette et les angles d'Euler

A partir des 3 angles d'Euler, la matrice de passage, G , qui transforme les coordonnées globales (E_1, E_2, E_3) en coordonnées locales (e_1, e_2, e_3), est calculée. Elle est définie par l'équation suivant :

$$\overline{X}_{local} = \overline{\overline{G}} \cdot \overline{X}_{global}$$

avec

$$\overline{\overline{G}} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cdot \cos \varphi_2 - \cos \Phi \cdot \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 \cdot \sin \varphi_1 + \cos \varphi_1 \cdot \cos \Phi \cdot \sin \varphi_2 & \sin \Phi \cdot \sin \varphi_2 \\ -\cos \Phi \cdot \cos \varphi_2 \cdot \sin \varphi_1 - \cos \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 & \cos \varphi_1 \cdot \cos \Phi \cdot \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 \cdot \sin \Phi \\ \sin \varphi_1 \cdot \sin \Phi & -\cos \varphi_1 \cdot \sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix}$$

La matrice inverse de la matrice de passage, G^{-1} , transforme les coordonnées locales (e_1, e_2, e_3) aux coordonnées globales (E_1, E_2, E_3) :

$$\overline{X}_{global} = \overline{\overline{G^{-1}}} \cdot \overline{X}_{local}$$

avec

$$\overline{\overline{G^{-1}}} = \overline{\overline{G^T}} = \begin{bmatrix} \cos \varphi_1 \cdot \cos \varphi_2 - \cos \Phi \cdot \sin \varphi_1 \sin \varphi_2 & -\cos \Phi \cdot \cos \varphi_2 \cdot \sin \varphi_1 - \cos \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 & \sin \varphi_1 \cdot \sin \Phi \\ \cos \varphi_2 \cdot \sin \varphi_1 + \cos \varphi_1 \cdot \cos \Phi \cdot \sin \varphi_2 & \cos \varphi_1 \cdot \cos \Phi \cdot \cos \varphi_2 - \sin \varphi_1 \cdot \sin \varphi_2 & -\cos \varphi_1 \cdot \sin \Phi \\ \sin \Phi \cdot \sin \varphi_2 & \cos \varphi_2 \cdot \sin \Phi & \cos \Phi \end{bmatrix}$$

*** Désorientation :**

La désorientation est la différence dans l'orientation cristallographique entre deux pixels EBSD dans un matériau polycristallin. Elle est la transformation nécessaire de passer d'une orientation cristalline locale à une autre orientation.

Considérons 2 pixels (A) et (B) avec sa matrice de passage pour passer de la base de l'échantillon à la base locale G_A et G_B relativement.

Il faut maintenant prendre en compte les symétries cristallines. Pour la structure CFC, il y a 24 matrices de symétrie. Les 24 matrices qui définissent l'orientation du grain (A) et (B) par rapport à la base de l'échantillon sont :

$$G_A S_i \text{ et } G_B S_j \text{ avec } \{i, j\} \in [1, \dots, 24]$$

où S_i désigne l'une des 24 matrices de symétrie (rotations) pour les cristaux cubiques

Les 576 matrices de désorientation pour passer de la base du pixel (A) à celle du pixel (B) sont donc :

$$\overline{\overline{\Delta G_{AB}}} = \overline{\overline{G_i}} \cdot \overline{\overline{G_A}} \cdot \overline{\overline{G_j^T}} \cdot \overline{\overline{G_B^{-T}}}$$

L'angle de désorientation définit par :

$$\theta_{AB} = \min \left\{ \arccos \left(\frac{\text{Tr}(\Delta G_{AB}) - 1}{2} \right) \right\}$$

par rapport à l'axe de désorientation, qui définit par :

$$r = \begin{pmatrix} r_1 \\ r_2 \\ r_3 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} \Delta G_{23} - \Delta G_{32} \\ \Delta G_{31} - \Delta G_{13} \\ \Delta G_{12} - \Delta G_{21} \end{pmatrix}$$

et $\overline{\overline{\Delta G_{AB}}} = \overline{\overline{\Delta G_{BA}}}$

Le logiciel d'acquisition et de traitement des données OIM (Orientation Imaging Microscopy) à partir la cartographie EBSD permet d'obtenir de nombreux paramètres cristallographiques : orientations, désorientations, tailles de grain, proportions des phases, figures de pôles et figures de pôles inverses, ainsi que de nombreux facteurs de qualité. En combinant avec le MEB, l'image des bandes de glissement et de la microstructure autour des bandes de glissement sont obtenue en parallèle.

Un exemple est présenté dans la figure III.2.7. La cartographie d'orientation d'une zone sur la surface de l'éprouvette en cuivre pur, l'orientation est représentée par des couleurs (figure III.2.7.a). La désorientation relative de point par point et de point par rapport au point d'origine (*O*) est donnée par le logiciel d'acquisition et de traitement des données OIM.

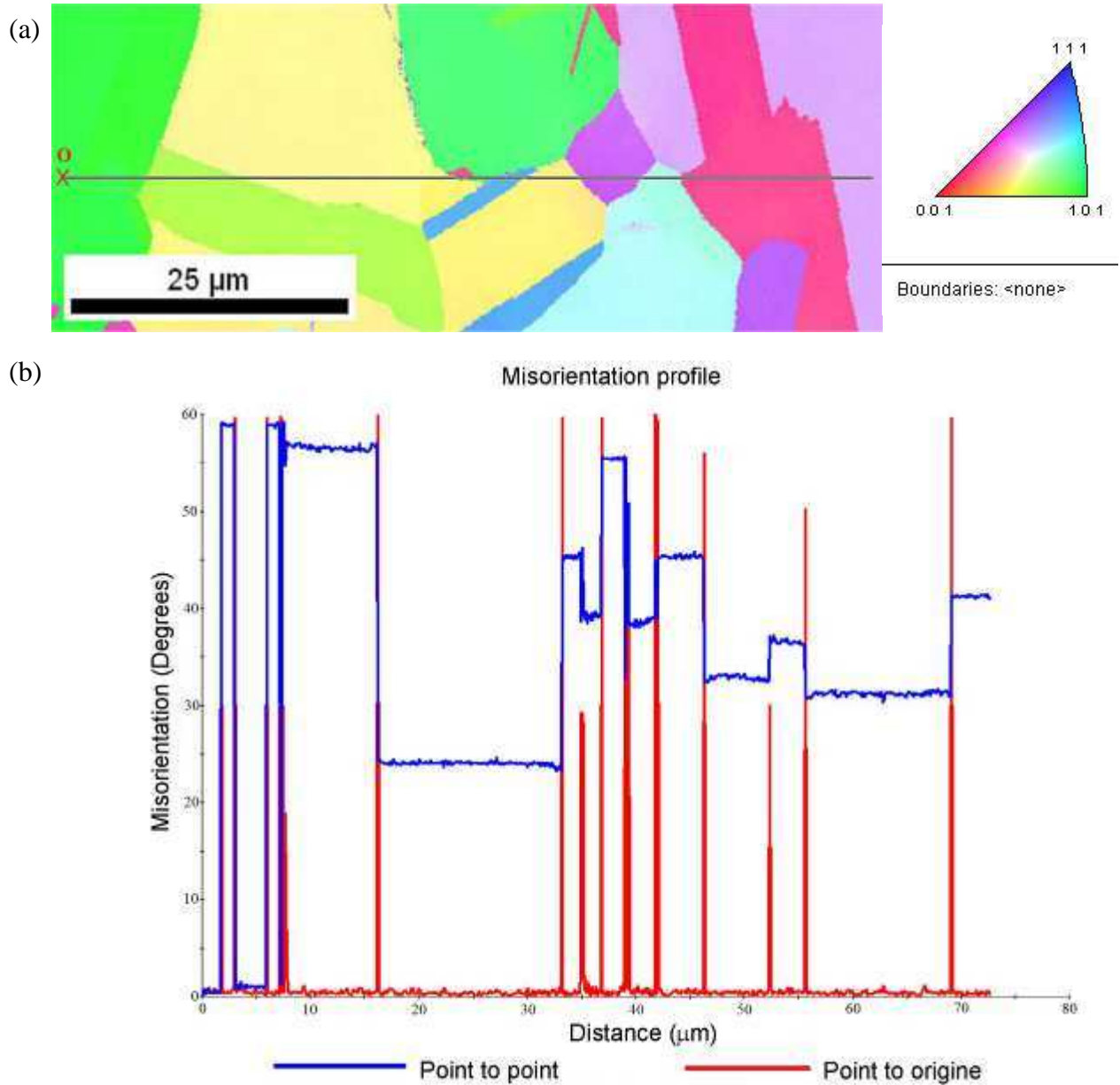


Figure III.2.7 (a) Figure de pôles inverse et ligne servant de support pour calculer la désorientation (b) Angle de désorientation donné par OIM

La connaissance de l'orientation pour chaque pixel indexé permet de détecter les grains, qui sont définis comme des regroupements de pixels continus dont l'orientation est similaire. La

détection automatique de grains se fait alors sur un critère de désorientation: les pixels voisins dont la désorientation n'excède pas 5° appartiennent au même grain, une désorientation de plus de 5° entre deux pixels voisins définit donc un joint de grain. La résolution est de $\pm 1^\circ$.

III.2.4. Microscopie à force atomique

La microscopie à force atomique (AFM, pour Atomic Force Microscope) permet de visualiser la topologie de la surface d'un échantillon. Le principe se base sur les forces d'interaction entre la surface de l'échantillon et une pointe métallique de rayon de courbure de quelques nanomètres montée sur un micro-levier. La pointe balaie la surface à analyser, qu'elle suit en hauteur selon un paramètre de rétroaction de façon à maintenir la force d'interaction constante. Un AFM permet ainsi de reconstituer une image en trois dimensions d'une surface (Figure III.2.8). Les dimensions de la zone analysée sont très petites, en raison de la grande résolution de l'appareil. La résolution spatiale des AFM s'étend de quelques dizaines de micromètres au dixième de nanomètres

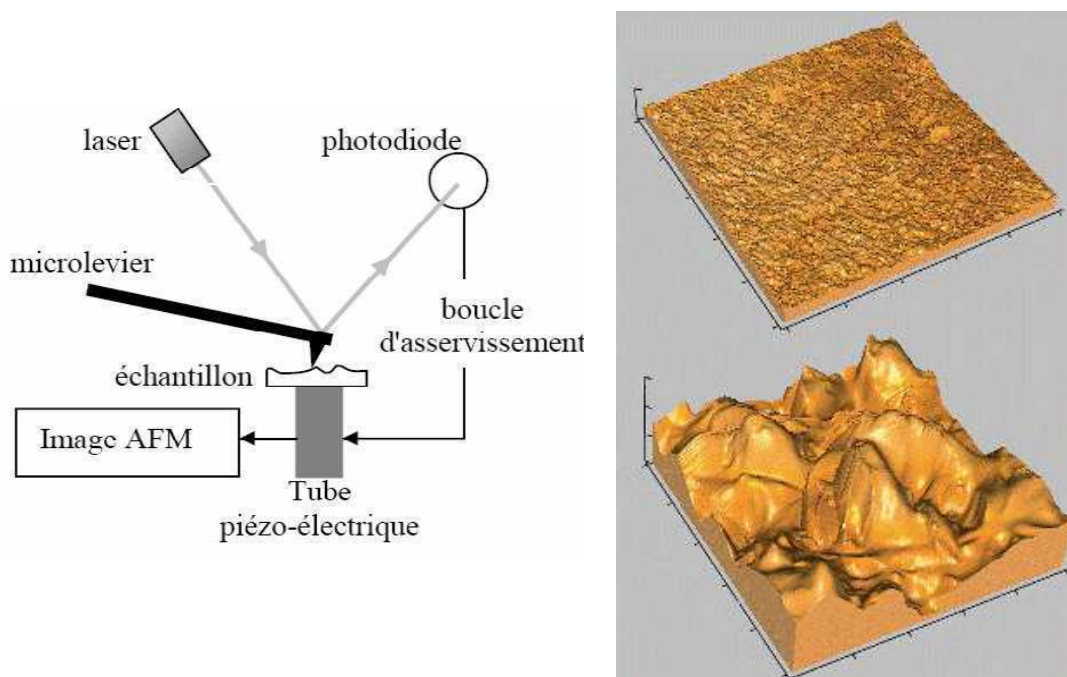


Figure III.2.8 Principe de fonctionnement du microscope à force atomique et une topographie de la surface de l'éprouvette, capturé par AFM

Cette technique est de plus en plus utilisée pour comprendre l'évolution des marques de glissement dans les matériaux métalliques [Sabatier 02], [Polák 03]. Elle permet de mesurer quantitativement le relief des bandes de glissement.

Il existe plusieurs modes de microscopie à force atomique tels que le mode contact ou le mode tapping. Nous allons principalement utiliser la microscopie en mode tapping. La pointe est placée en contact de la surface étudiée et oscille. L'amplitude d'oscillation de cette pointe est contrôlée (Figure III.2.9).

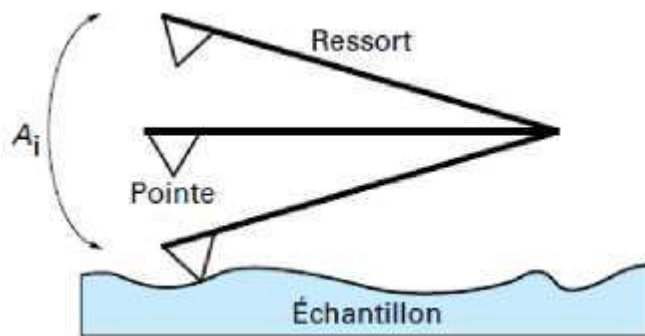


Figure III.2.9 : Interaction pointe-surface en mode tapping [Coulon, 00]

Grace à ce mode tapping, nous obtenons deux images, une image dite « hauteur » et une autre image dite « erreur ». L'image « hauteur » représente le déplacement vertical de la cale piézoélectrique en tout point de la surface. L'image « erreur » met en évidence les variations de pente en tout point de la surface et correspond à l'écart entre la consigne d'amplitude de la pointe et sa valeur réelle en chaque point. Pour ceci, l'amplitude A_i d'oscillation de la pointe (Figure 2.9) est inférieure à l'amplitude A_0 de l'oscillation libre de la pointe. Au cours du balayage, l'amplitude A_i varie et on peut imager la surface en mesurant les variations d'amplitude de la pointe [Coulon, 00]. Toutes les images sont pixélisées, ce qui explique la durée importante d'acquisition d'une image AFM de 30 min à 1h. Les images issues de l'AFM nous permettent de nous rendre compte de la rugosité de surface de l'échantillon analysé. Pour avoir un meilleur rendu, on peut faire des images 3D et ainsi voir où sont localisées les extrusions et les intrusions.

Afin d'avoir des images de hauteur exploitables, on utilise un traitement d'image qu'est le « plan fit d'ordre 1 ». Cette opération est semblable à une régression linéaire. Dans notre cas, nous avons des nuages de points en 3D et on cherche le plan qui minimise la somme des carrés des distances des points au plan. Lorsque l'on a ce plan, on le retire aux données mesurées ce qui nous permet de ne plus avoir le défaut d'inclinaison de la surface sur notre image (figure III.2.10 et III.2.11). A chaque image on associe un Z range. Cette valeur correspond à l'échelle de hauteur des défauts observés. Pour un Z range de 1000 nm, l'échelle s'étend de 0 à 1000 nm, 0 correspondant à la zone la plus sombre et 1000 à la zone la plus claire. Chaque image a aussi une taille d'image qui correspond à la taille de la zone analysée par l'AFM. Dans le cadre de notre étude, les images erreurs seront plus utilisées pour pouvoir voir les bandes. En effet, il y a un meilleur contraste sur ces images et nous pouvons mieux voir les bandes de glissement car l'image erreur représente la variation de pente.

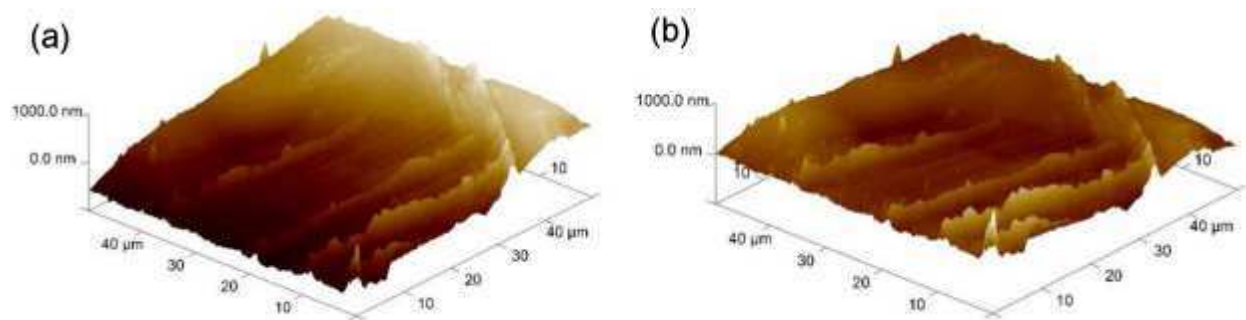


Figure III.2.10: Image 3D avant traitement d'image (a) et après traitement d'image (b)

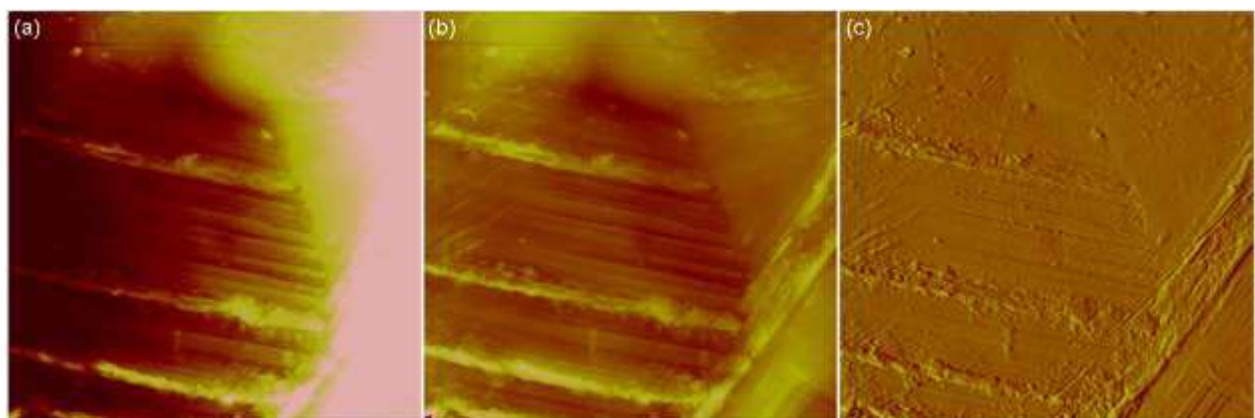


Figure III.2.11: Image hauteur Zrange 1000 nm (a) avant traitement d'image
(b) après traitement d'image et (c) image erreur Zrange 1500mV

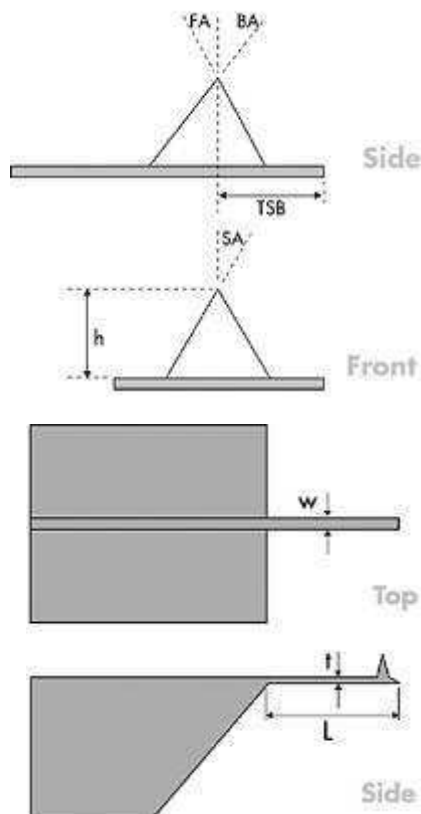
Taille d'image 50x50 μ m

Le microscope à force atomique utilisé est le model Veeco nanoscope V (figure III.2.12).



Figure III.2.12 AFM Veeco nanoscope V

Les images sont acquises en mode tapping sous air et à la température d’ambiance (21°C). Les pointes « tapping » utilisées sont en nitrure de silicium de marque Veeco modèle RTESP : MPP-11100-10. Elles ont les caractéristiques suivantes :



| | |
|--|---|
| Hauteur de pointe (h): | 15 - 20µm |
| Front Angle (FA): | 15 ± 2° |
| Back Angle (BA): | 25 ± 2° |
| Side Angle (SA): | 17.5 ± 2° |
| Rayon de pointe (Nom): | 8 nm |
| Tip Radius (Max): | 12 nm |
| Tip SetBack (TSB) (Nom): | 15 µm |
| Matériau : | 0.01 - 0.025 Ωcm Antimony (n) doped Si |
| Géométrie : | Rectangulaire |
| Epaisseur du cantilever (t): | 3.75 µm |
| Largueur du cantilever (W): | 30 – 40 µm |
| Longueur du cantilever (L): | 115 – 135 µm |
| Fréquence de résonance (f ₀) | 253 – 326 kHz |
| Constance de ressort (k) | 20 – 80 N/m |

[<http://www.brukerafmprobes.com>]

Les micrographies AFM et les profils de hauteur montrés dans ce manuscrit ont été réalisés dans le cadre du stage de master de Camille PISSINIER [Pissinier 12]

III.2.5. La caméra infrarouge (IR)

La caméra utilisée pour l'acquisition de l'évolution de la température pendant les essais est une caméra Titanium construite par Flir. Elle est équipée d'un objectif de 50 mm et d'un capteur infrarouge qui permet l'acquisition d'images d'une résolution maximale de 512 x 640 pixels. Le capteur fait partie de la catégorie des capteurs InSb fonctionnant dans les « *middle waves* » c'est à dire des longueurs d'onde comprise entre 3 et 5 μm . La précision en température de ce capteur est selon le constructeur de 20 mK. Une résolution spatiale inférieure à 0.1 mm/pixel était atteinte lors des essais expérimentaux. Un temps d'intégration doit être défini lors de l'acquisition d'image IR. Ce temps d'intégration correspond au temps d'exposition du capteur au rayonnement IR. Un temps d'intégration faible permet de mesurer de hautes températures mais avec une faible précision tandis qu'un fort temps d'intégration permet une meilleure précision pour de faibles températures mesurées avec un risque de saturation du capteur. Il était par conséquent nécessaire d'anticiper la variation de température de l'essai puis de choisir un bon compromis entre ces deux aspects pour chaque essai.

Chapitre IV

CARACTERISATION DE LA DUREE DE VIE DU CUIVRE PUR POLYCRISTALLIN DANS LE DOMAINE VHCF

Pour étudier les mécanismes de déformation plastique en fatigue à très grand nombre de cycles, il est nécessaire, tout d'abord, d'établir la courbe S-N du matériau dans ce régime. Dans ce chapitre, nous présentons les courbes S-N des 2 cuivres étudiés établies expérimentalement. Les faciès de rupture et l'amorçage de fissures sont également étudiés et discutés.

IV.1 Courbe S – N

En utilisant la machine de fatigue ultrasonique, les essais de fatigue de traction-compression symétrique ($R = -1$) ont été réalisés pour établir la courbe S – N de cuivres purs polycristallins en régime VHCF. L'éprouvette est sollicitée en continu à une amplitude de contrainte imposée constante jusqu'à la rupture. L'éprouvette de fatigue ultrasonique cylindrique a été utilisée afin d'éviter les effets de bords des éprouvettes plates qui modifient légèrement l'état de contrainte. La géométrie et la distribution de l'amplitude de contrainte dans l'éprouvette de fatigue ultrasonique cylindrique ainsi que la préparation des éprouvettes et notamment de leur surface ont été présentées aux chapitres II et III. Avant les essais, la surface des éprouvettes est polie miroir et la couche à forte contrainte résiduelle due au polissage mécanique a été enlevée grâce au polissage électrolytique.

Pour éviter un échauffement important des éprouvettes pendant les essais, tous les essais sont refroidis par un jet d'air froid et sec à l'aide d'un pistolet (voir chapitre III.1.1).

Nous avons établi la courbe S-N pour les 2 cuivres purs : le cuivre laminé à chaud dans un état recuit et présentant une texture faible et le cuivre étiré, dans un état écroui, fortement texturé et peu ductile dans le sens de sollicitation de l'éprouvette (voir chapitre II.4).

La courbe S - N en régime VHCF des 2 cuivres est présentée sur la figure IV.1.1. Nos résultats sont aussi comparés avec les résultats expérimentaux publiés dans [Stanzl-Tschegg E. 07] sur un cuivre pur polycristallin. Il s'agit d'un cuivre électrolytique commercial présentant un taux de pureté de 99.9%, de composition chimique similaire à ceux de notre étude et initialement étiré à froid. Les éprouvettes ont été recuites à 750°C pendant 75 minutes. Ce recuit permet de détruire totalement l'effet d'écrouissage que le métal a subi préalablement. Par conséquent, le matériau est dans un état non écroui et a une texture quasi isotrope. La taille de grain moyenne est de 60 μm . Ainsi, le cuivre étudié dans [Stanzl-Tschegg E. 07] est proche du cuivre laminé à chaud en ce qui concerne l'état d'écrouissage mais avec une taille de grain moyenne (60 μm) supérieure à celle (29 μm) du cuivre laminé à chaud étudié ici. Par ailleurs, pour éviter les échauffements de l'éprouvette, les essais de Stanzl-Tschegg et al (2007) ont été réalisés par la méthode « pulse and pause » (voir chapitre III).

La courbe S-N du cuivre laminé à chaud se compose de 2 régimes :

- Premier régime de 115 MPa à 97 MPa : la rupture se produit entre 3.6×10^6 et 5×10^7 cycles, l'amplitude de contrainte varie linéairement avec le logarithme du nombre de cycles à rupture. Dans ce régime, le nombre de cycles à rupture est multiplié par 10 lors d'une diminution de 5,3 MPa. Ce régime correspond encore au régime HCF.
- Deuxième régime où l'amplitude de contrainte est inférieure à 97 MPa : le nombre de cycle à rupture est multiplié par 10, lorsque la contrainte diminue approximativement de 0,4 MPa signifiant que le nombre de cycles pour atteindre la rupture augmente très rapidement lorsque l'amplitude de contrainte décroît. A l'amplitude de contrainte de 91.4 MPa, la rupture à 5.35×10^9 cycles ne s'était pas encore produite et nous avons arrêté l'essai. Il semble apparaître une asymptote horizontale à une amplitude de contrainte de 90 - 92 MPa. Des essais à encore plus grands nombres de cycles sont cependant nécessaires pour confirmer la présence de cette asymptote. Ce régime correspond encore au régime VHCF.

La courbe S-N du cuivre laminé à chaud est très proche de celle issue des travaux de Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 07]. Les deux courbes présentent les 2 régimes présentés ci-dessus avec des pentes très similaires, avec néanmoins un léger décalage dans le premier régime de 3.6×10^6 à 5×10^7 cycles. Ce très bon accord suggère que les modes de sollicitation et de refroidissement utilisés dans les deux travaux (« pulse and pause » dans les travaux de Stanzl-Tschegg et al et « sollicitation continue et refroidissement à l'air pulsé » ici) n'ont pas d'impact sur la courbe S-N. Dans le deuxième régime, Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 07] ; [Stanzl-Tschegg 10] ont réalisé des essais de fatigue à une amplitude de contrainte de 92 MPa et n'ont pas observé de rupture d'éprouvette à 1.4×10^{11} cycles, soit 81 jours de test par la machine de fatigue ultrasonique. A l'amplitude de contrainte de $\Delta\sigma/2 = 92.2$ MPa (amplitude de déformation plastique $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 1.85 \times 10^{-5}$), inférieure à la limite de fatigue conventionnelle du cuivre ($\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 2.5 \times 10^{-5}$), l'éprouvette n'était toujours pas rompue à 10^{10} cycles. L'essai a été arrêté. Cette amplitude de contrainte / déformation a été proposée par les auteurs comme étant « la limite de fatigue à 10^{10} cycles ».

Le cuivre étiré présente une résistance à la fatigue supérieure à celle du cuivre laminé à chaud. Nous avons vu (chapitre II) que la contrainte d'écoulement plastique était également supérieure. On peut donc supposer que ces deux propriétés sont liées et viennent de l'état d'écroutissage plus fort du cuivre étiré par rapport à celui du cuivre laminé à chaud. De 124 MPa à 102 MPa, l'amplitude de contrainte diminue linéairement avec le logarithme du nombre de cycles. La rupture se produit entre 10^7 et 2×10^9 cycles. La variation de contrainte lorsque le nombre de cycles est multiplié par 10 est de 4,25 MPa, valeur proche de celle du cuivre laminé à chaud dans le régime HCF. A l'amplitude de contrainte de 96.5 MPa, l'éprouvette sollicitée jusqu'à 5.2×10^9 cycles n'est pas cassée. L'essai a été arrêté. Contrairement au cas du cuivre laminé à chaud, les essais réalisés sur le cuivre étiré ne mettent pas en évidence un changement de pente dans le régime HCF, ni la présence d'une asymptote. Des essais supplémentaires à plus grands nombres de cycles seraient nécessaires pour vérifier leur présence.

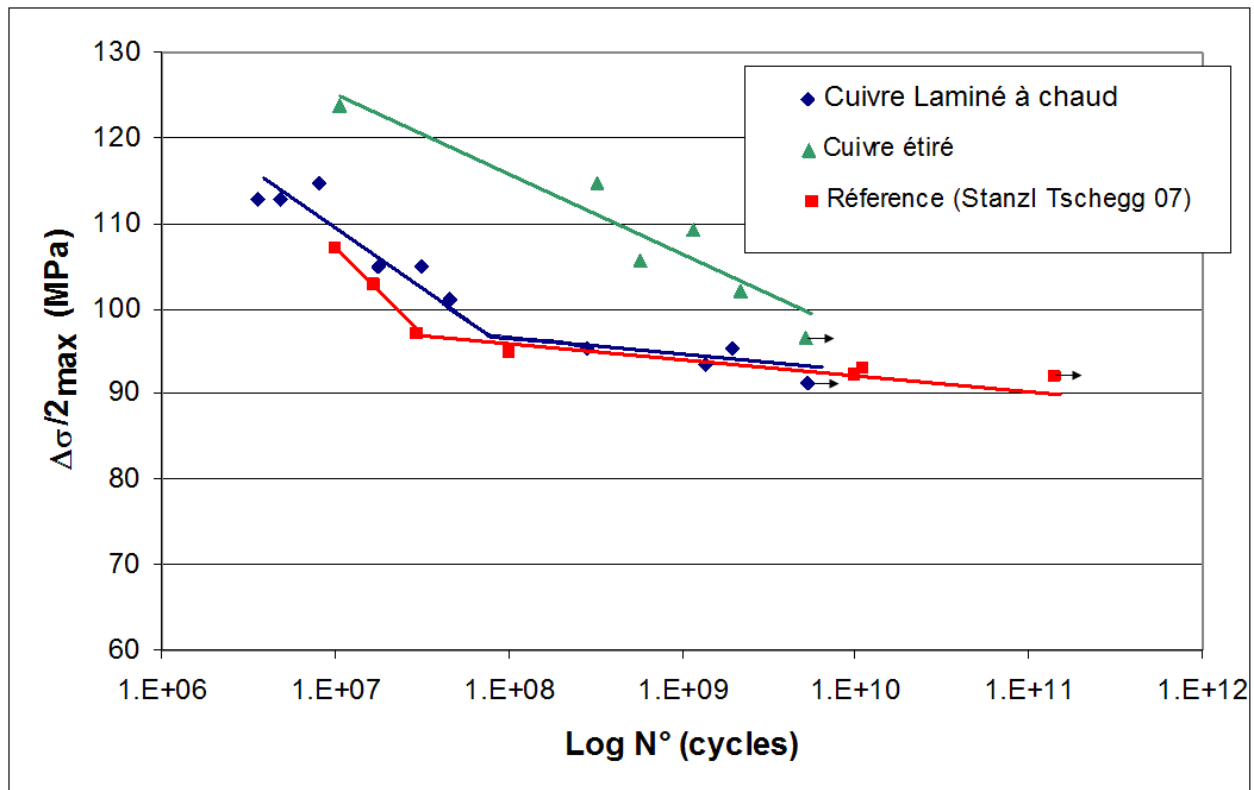


Figure IV.1.1 Courbe S – N de cuivres purs polycristallins en régime HCF et VHCF

La figure IV.1.2 présente la courbe S-N étendue à des nombres de cycles inférieurs à 10^6 cycles et obtenue à différentes fréquences pour des cuivres purs présentant des textures/microstructures différentes. Plus précisément, les données ont été obtenues :

- + A la fréquence de 19 kHz et 20 kHz par la technique ultrasonique utilisant un piézoélectrique : ce sont nos résultats expérimentaux obtenus pour les 2 cuivres étudiés (cuivre laminé à chaud et cuivre étiré) sollicité à 20 kHz et ceux des travaux de Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 07] en utilisant la machine de fatigue ultrasonique à la fréquence de 19 kHz.
- + A la fréquence de 17.7 kHz [Awatani 74], à l'aide d'une machine (Figure IV.1.3), qui a le même principe que la machine de fatigue ultrasonique utilisée ici mais est basée sur l'utilisation d'un matériau magnétostrictif. Les matériaux étudiés sont du cuivre de pureté 99.95% recuit ou étiré. Les éprouvettes sont cylindriques de diamètre 4 mm puis recuites à 850°C pendant 1 heure sous vide. Pour obtenir

l'état étiré, les éprouvettes sont ensuite étirés à froid jusqu'à 15% de déformation. La taille de grain varie entre 100 μm et 300 μm . Toutes les éprouvettes ont été polies mécaniquement et électrolytiquement avant les essais de fatigue. Pendant les essais, les éprouvettes sont refroidies en continu par un jet d'eau à température contrôlée pour éviter l'échauffement du matériau.

- + A une fréquence conventionnelle : Ce sont nos résultats expérimentaux obtenus à l'aide de machines de fatigue conventionnelles travaillant à 20 Hz sur le cuivre laminé à chaud de notre étude. Les essais de fatigue ont été exécutés par le CETIM. Les travaux de Lukas [Lukas 74] obtenus à la fréquence de 80 Hz ont également été ajoutés.

Nos résultats ainsi que ceux d'Awatani (1974) montrent que l'étirage du cuivre pur polycristallin produit une augmentation de la résistance à la fatigue ou dit autrement une augmentation de la durée de vie plus grande pour une même amplitude de sollicitation. De manière similaire à nos résultats, le cuivre recuit étudié par Awatani [1974] présente deux régimes de fatigue avec une pente de décroissance de l'amplitude de contrainte avec le logarithme du nombre de cycles plus faible dans le régime VHCF que dans le régime HCF.

La même tendance semble exister pour le matériau étiré mais d'autres données seraient nécessaires pour le confirmer. Ces résultats suggèrent la présence d'une asymptote. La valeur de l'asymptote trouvée pour le cuivre étudié dans Awatani (1969) est clairement inférieure à celle trouvée dans notre étude. La taille de grain plus grande et peut-être aussi la fréquence de sollicitation plus faible que dans notre étude pourraient expliquer cet écart.

Par ailleurs, la figure IV.1.2 montre clairement un effet de la fréquence et/ou de machine utilisée sur la résistance à la fatigue. Pour un nombre de cycle donné, le matériau peut supporter une amplitude de contrainte d'autant plus grande que la fréquence de sollicitation est élevée. Dans l'intervalle [2×10^6 - 2×10^7], la résistance à la fatigue du cuivre laminé est environ 1.5 fois plus élevée à 20 kHz qu'à 20 Hz. La pente des courbes S-N du cuivre laminé à chaud à 20 kHz et à 20 Hz sont assez proches mais la durée de vie à 20 kHz est environ 1.33 fois plus grande que celle à 20 Hz (le nombre de cycles est en échelle logarithme). Par exemple, pour une amplitude de contrainte de 100 MPa, la durée de vie du cuivre laminé passe de 4.56×10^5 cycles à 3.95×10^7 cycles lorsque la fréquence de sollicitation augmente de 20 Hz à 20 kHz. Les résultats

expérimentaux d'Awatani confirment cette tendance et montrent que la durée de vie en fatigue augmente avec l'augmentation de la fréquence [Awatani 69]. Pour le cuivre recuit, la durée de vie est trouvée environ 6 fois plus grande à la fréquence de 17.7 kHz qu'à celle de 50 Hz. L'effet de la fréquence sur le comportement en fatigue est étudié plus en détail dans la thèse de Nicolas MARTI dans le cadre du projet DISFAT.

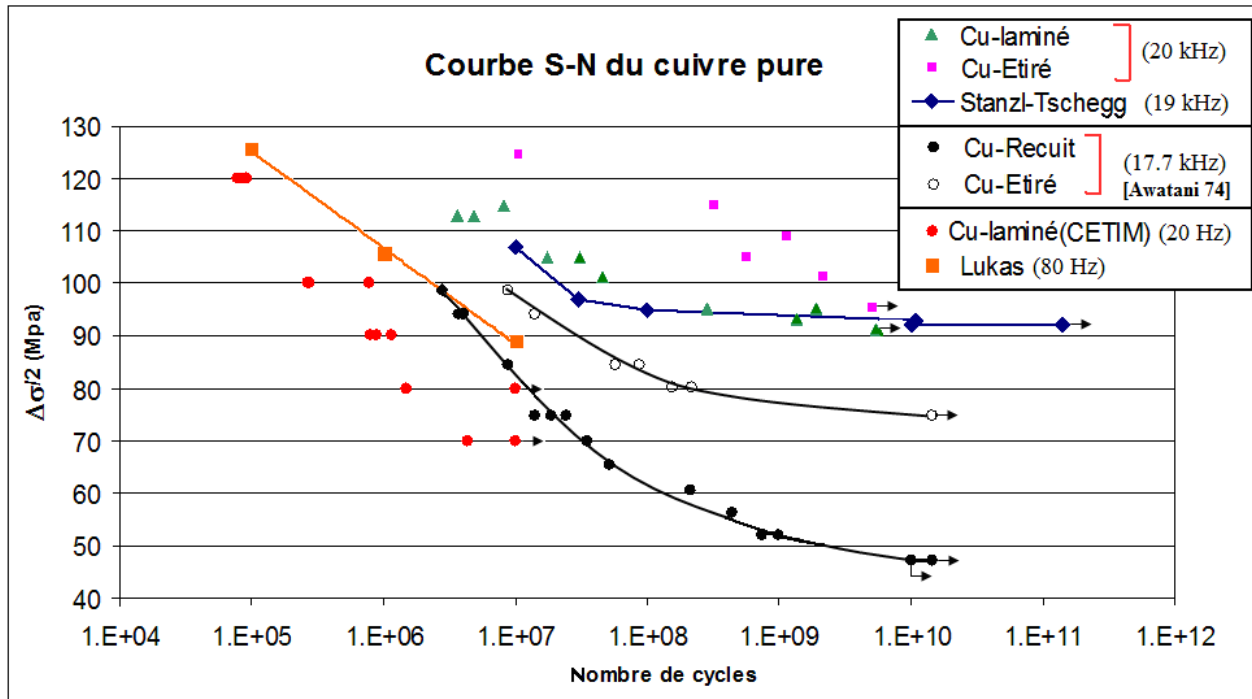


Figure IV.1.2 Courbe S-N de cuivres purs polycristallins à basse et haute fréquences

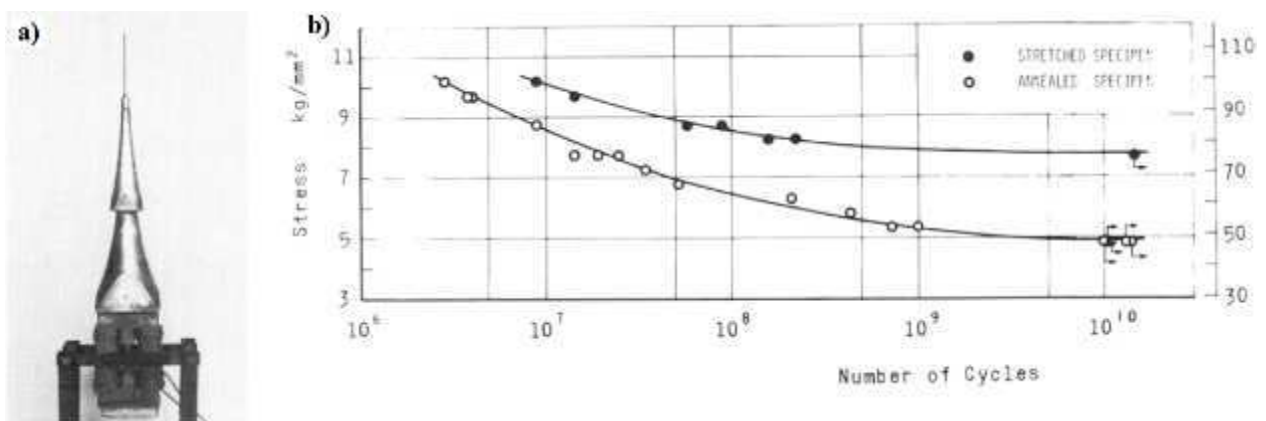


Figure IV.1.3 (a) Machine de fatigue vibration magnéto ultrasonique ;
 (b) Courbe S-N d'un cuivre recuit et d'un cuivre étiré par [Awatani 74]

IV.2 Distribution des bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette

L'éprouvette utilisée présente une section variable et donc un gradient de l'amplitude de contrainte. L'amplitude de contrainte est maximale au centre et diminue vers les 2 extrémités de l'éprouvette. En utilisant une seule éprouvette, on peut donc a priori étudier l'influence de l'amplitude de contrainte sur l'évolution de la surface de celle-ci (Fig. IV.2.1).

La figure IV.2.2 présente des images des bandes de glissement sur la surface d'une éprouvette de cuivre étiré sollicitée à une amplitude de contrainte de 104 MPa pendant 2×10^9 cycles, à différentes distances, notée x , du centre de l'éprouvette où la contrainte est maximale (Fig. IV.2.1). A chaque valeur de la distance x correspond une amplitude de contrainte. Visuellement nous constatons que la fraction surfacique plastifiée, qui est définie par la fraction surfacique occupée par des bandes de glissement, et la rugosité de la surface sont plus élevées lorsque l'amplitude de contrainte locale est plus grande. La majorité des bandes de glissement est orientée à environ $\pm 45^\circ$ de l'axe de chargement qui est en horizontal sur la figure. Au centre de l'éprouvette où la contrainte est maximale, nous observons une fissure qui fait un angle proche de 45° par rapport à l'axe du chargement. Cette observation est liée à la présence d'une valeur du cisaillement maximale dans cette direction. Une étude précise sur la relation entre l'orientation des grains et l'apparition de bandes de glissement sera présentée au chapitre VI.

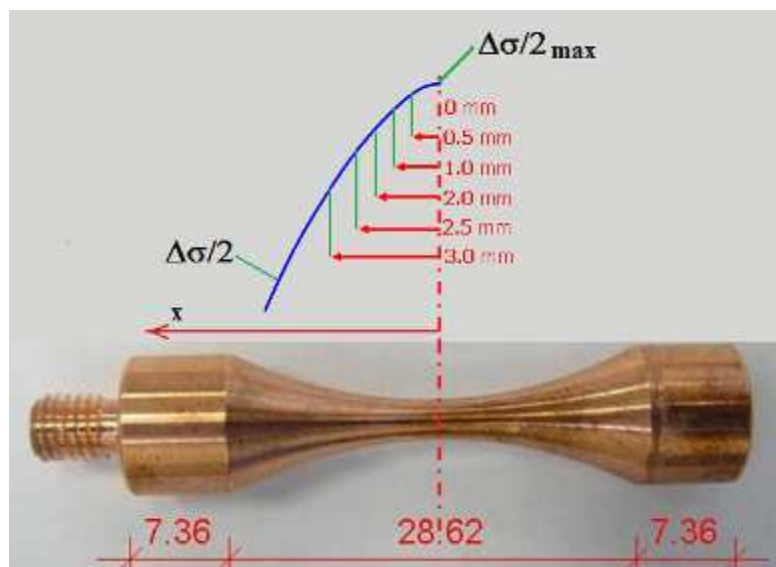


Figure IV.2.1 Amplitude de contrainte locale correspondant aux différentes distances x définies par rapport le centre de l'éprouvette

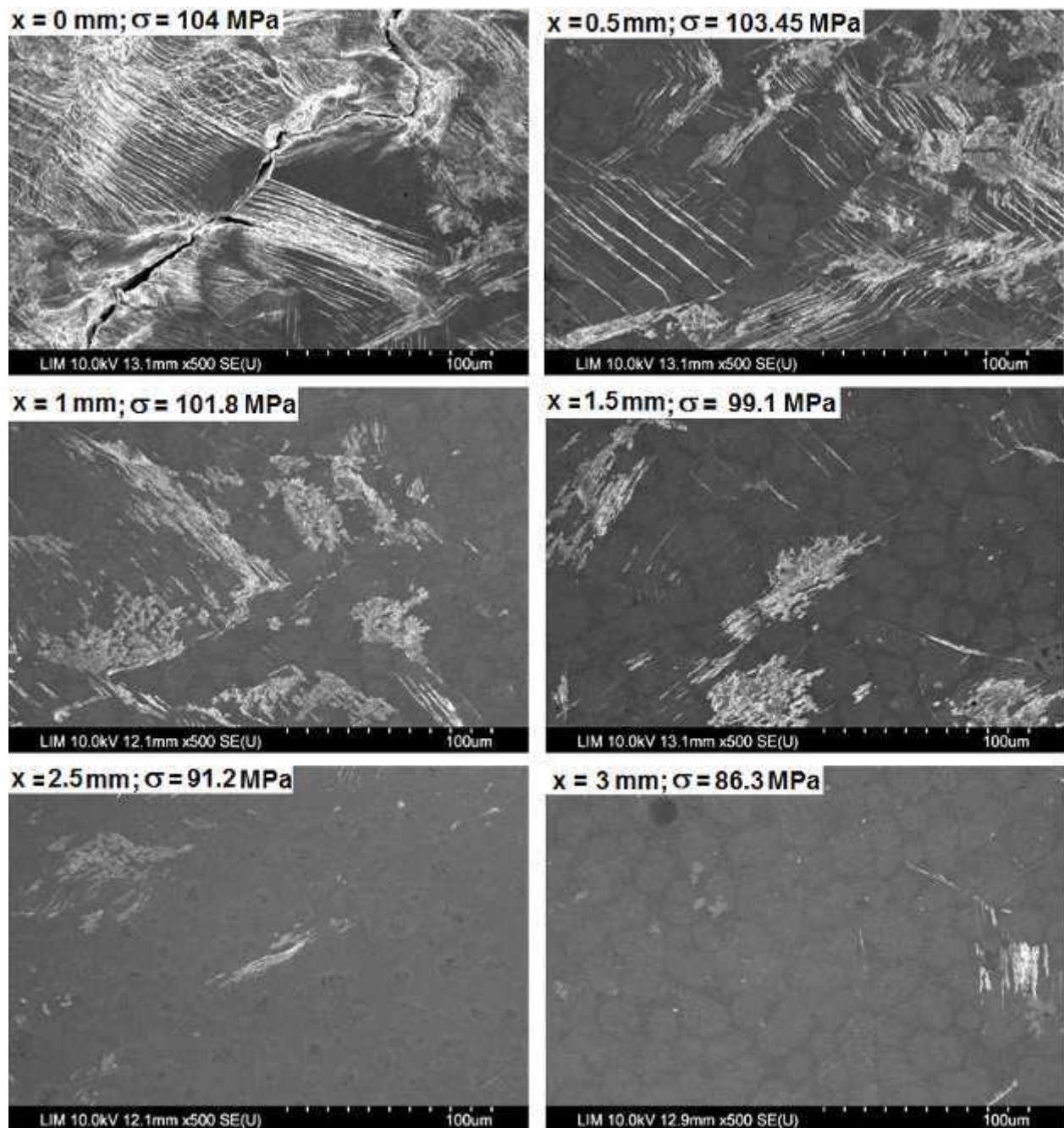


Figure IV.2.2 Bandes de glissement sur la surface d'une éprouvette de cuivre étiré observées à différentes distances x du centre de l'éprouvette après une sollicitation

à $\Delta\sigma/2_{\max} = 104$ MPa et 2.1×10^9 cycles

Axe de l'éprouvette : horizontal

Pour les éprouvettes en cuivre laminé, la même tendance est observée : la fraction surfacique plastifiée et la rugosité de la surface sont plus importantes pour une amplitude de contrainte plus grande (Figure IV.2.3). Mais les bandes de glissement en surface de ce matériau sont plus courtes et plus denses que dans le cas du cuivre étiré pour une même sollicitation. Cela vient du fait que le cuivre laminé à chaud présente une taille de grain moyenne et une contrainte d'écoulement plastique inférieure à celles du cuivre étiré.

Au centre de l'éprouvette où l'amplitude de contrainte est maximale, les bandes de glissement sont très denses et la majorité des bandes de glissement fait un angle proche de 45° par rapport à l'axe du chargement qui est vertical sur les photos.

On peut mettre à profit la présence d'un gradient d'amplitude de contrainte dans l'éprouvette pour estimer l'amplitude de contrainte seuil à partir de laquelle on n'observe plus de bandes de glissement au MEB pour un nombre de cycles donné. On trouve ainsi que pour 2.1×10^9 cycles, il n'y a plus de bandes à la distance $x = 4.7$ mm, correspondant à l'amplitude de contrainte de 65 MPa. Pour vérifier la pertinence de la méthode, nous avons sollicité une éprouvette à une amplitude de contrainte maximale de 65 MPa et déterminé le nombre de cycles nécessaire pour faire apparaître les premières bandes. Nous avons observé des bandes dès 1×10^6 cycles. Un écart très important existe donc entre une analyse se limitant à étudier la zone centrale de l'éprouvette où l'amplitude de contrainte est quasi-uniforme sur une distance de 1.5 mm de part et d'autre du centre de l'éprouvette et une analyse fondée sur le profil de contrainte. Ce profil est loin d'être régulier et présente un fort gradient dès que l'on sort de la zone d'amplitude de contrainte quasi-uniforme. Ainsi, la déformation plastique est essentiellement localisée au centre de l'éprouvette. Une amplitude de contrainte donnée loin de la zone centrale ou dans celle-ci n'aura alors pas du tout le même effet sur la micro plasticité. Dans la suite, pour une étude de l'apparition des premières bandes de glissement, seule la partie centrale de l'éprouvette correspondant à l'amplitude de contrainte maximale sera prise en compte.

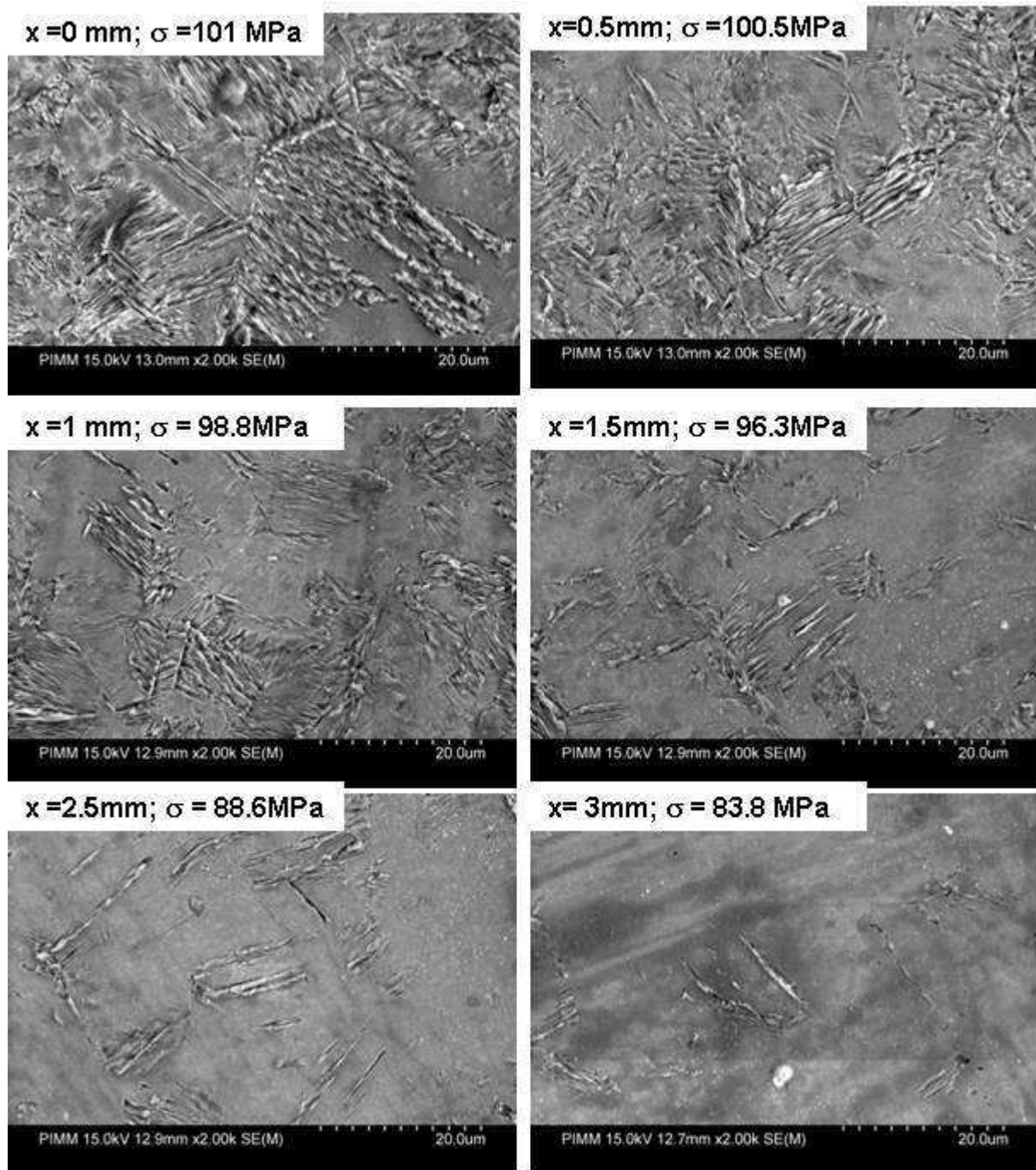


Figure IV.2.3 Bandes de glissement sur la surface d'une éprouvette de cuivre laminé observées à différentes distances x du centre de l'éprouvette après une sollicitation

à $\Delta\sigma/2_{\max} = 101 \text{ MPa}$ et 4.6×10^7 cycles (pas cassée)

Axe de l'éprouvette : vertical

IV.3 Faciès de rupture – Amorçage de fissure dans du cuivre pur polycristallin en VHCF – Observations et discussions

La figure IV.3.1 présente les faciès de rupture des éprouvettes cylindriques en cuivre pur sollicitées à 20 kHz avec la machine ultrasonique. Nous constatons que dans tous les cas, la rupture se produit par la propagation d'une fissure unique et que son initiation a lieu en surface. Cette observation trouve un bon accord avec les travaux de référence sur les matériaux de type I comme le cuivre.

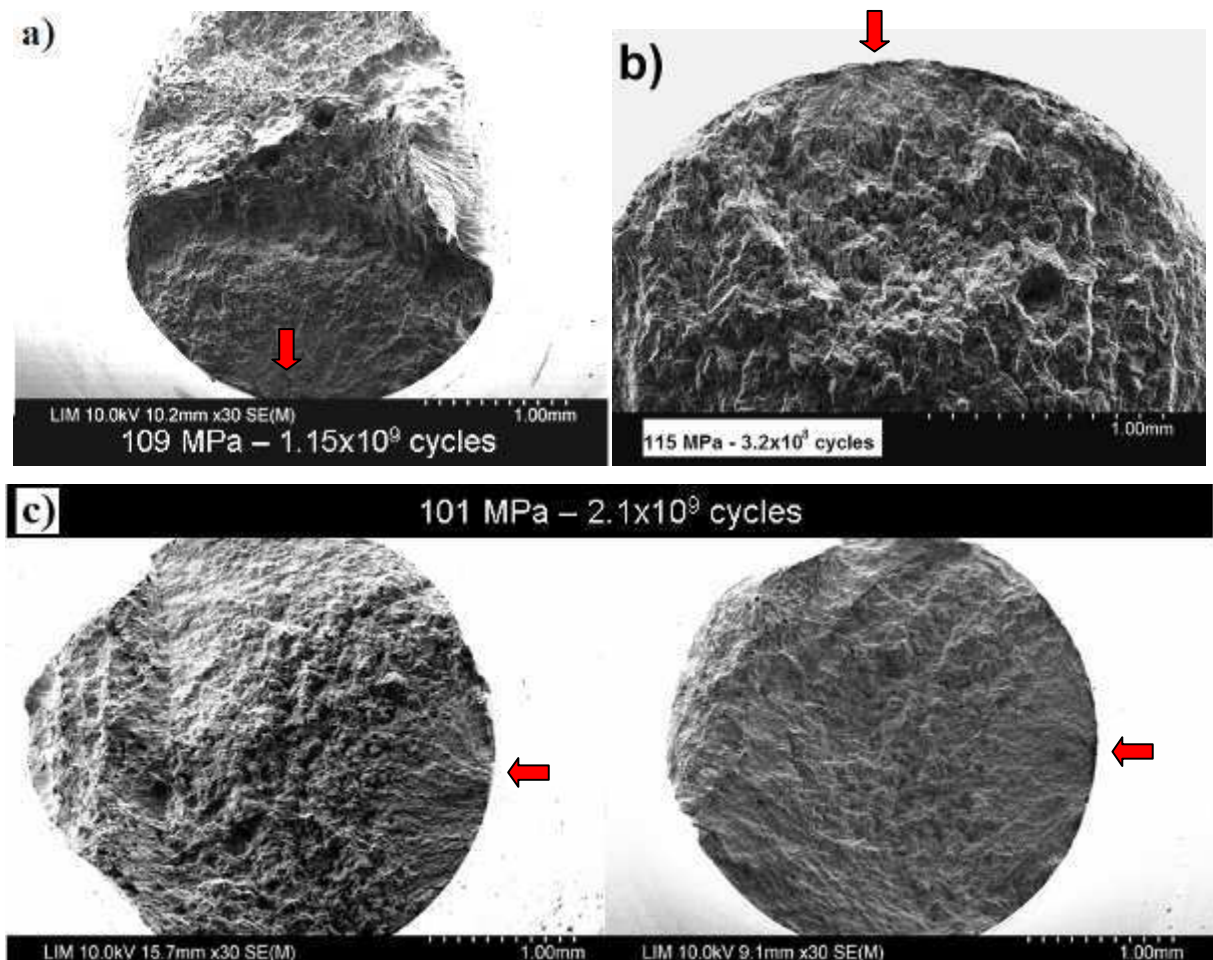


Figure IV.3.1 Faciès de rupture des éprouvettes cylindriques sollicitées à 20 KHz par la machine de fatigue ultrasonique - La fissure part de la surface.

(a) à $\Delta\sigma/2_{\max} = 109$ MPa et 1.15×10^9 cycles

(b) à $\Delta\sigma/2_{\max} = 115$ MPa et 3.21×10^8 cycles

(c) Faciès des 2 moitiés de l'éprouvette à $\Delta\sigma/2_{\max} = 101$ MPa et 2.1×10^9 cycles

Nos observations expérimentales sont en accord avec les résultats rapportés dans [Provan 91]. Provan et al ont également observé le faciès de rupture et ils ont montré que ce faciès présente 2 parties : le site d'amorçage de forme semi-circulaire sans relief particulier (featureless part) et le reste du faciès avec des lignes rayonnantes (Figure IV.3.2).

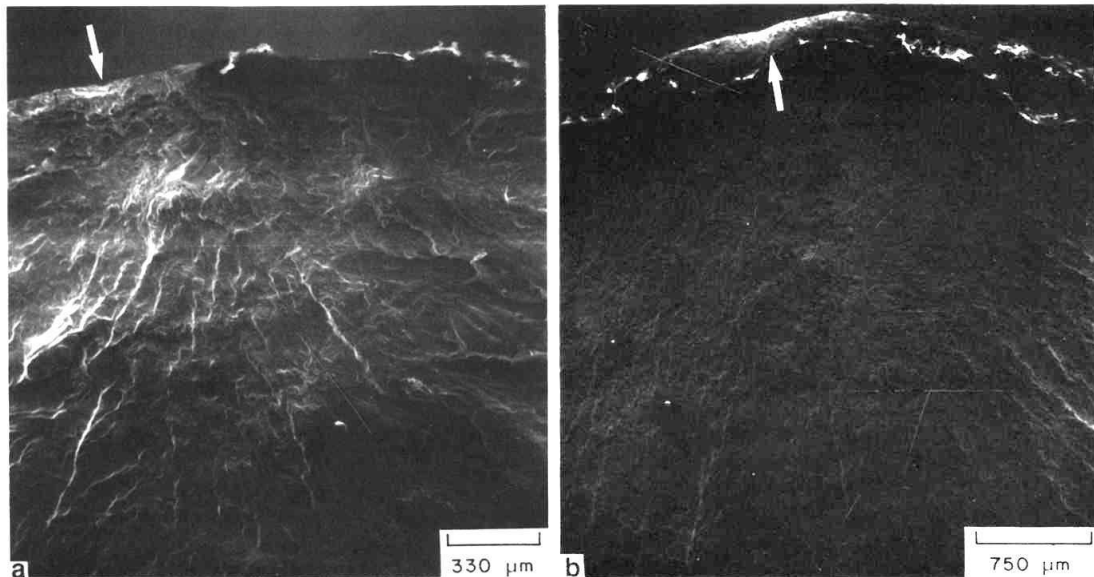


Figure IV.3.2 Faciès de rupture en fatigue (Le site d'amorçage montré par la flèche)
[Provan 91]

Le mécanisme d'amorçage et de propagation de la fissure est aussi discuté par Provan et al (Figure IV.3.3). Au niveau du site d'initiation de la fissure, la surface de l'éprouvette n'est pas beaucoup déformée. En effet, l'amorçage de la fissure en fatigue se passe très progressivement. La fissure est formée et puis avec l'augmentation du nombre de cycles de chargement elle se propage grâce à l'accumulation des glissements irréversibles au fond et au bout de la fissure. Puis, la fissure se propage de plus en plus rapidement avec l'augmentation de la longueur de la fissure. Par conséquent, nous observons que le bord de la fissure en phase de propagation est très rugueux. Au contraire, au site d'amorçage, le bord de la fissure reste assez lisse et la déformation locale est faible (Figure IV.3.4).

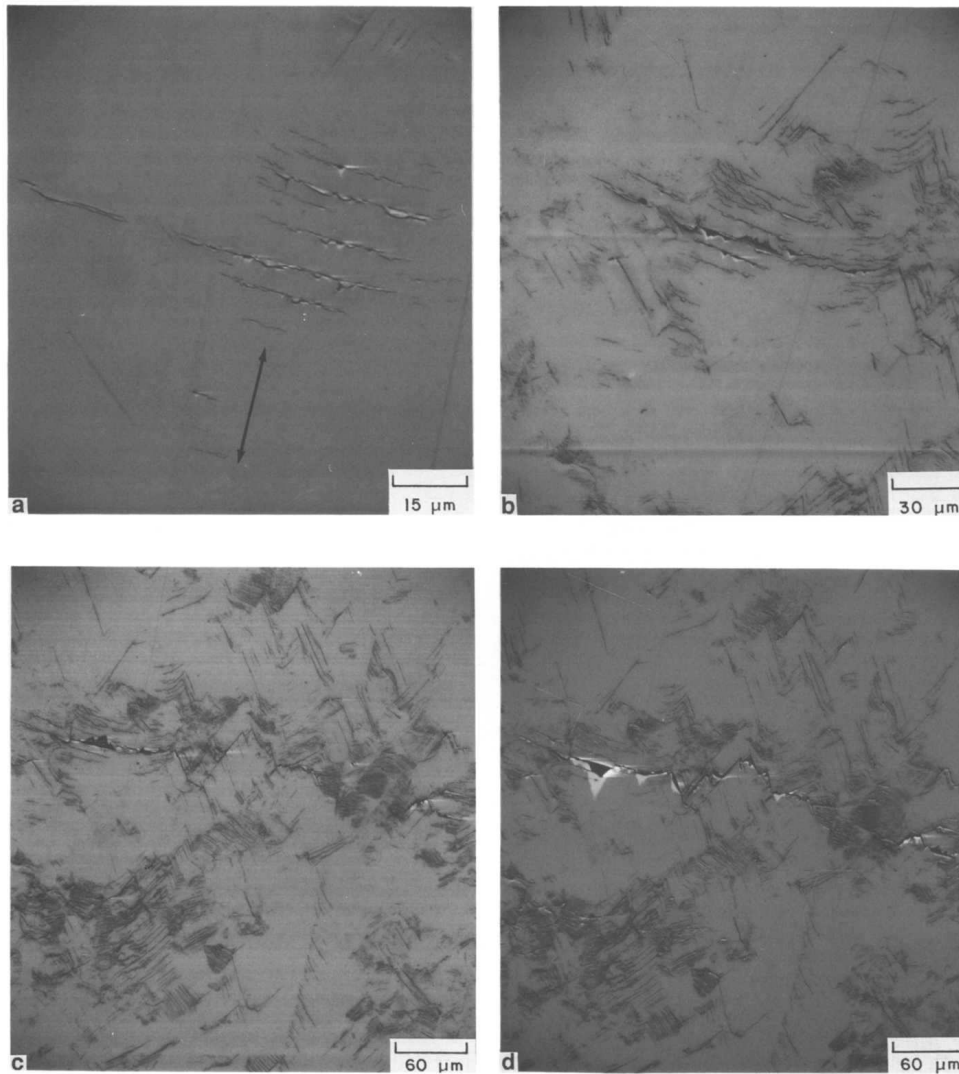


Figure IV.3.3 Amorçage et propagation de la fissure principale en fonction du nombre de cycles à (a) 4000 ; (b) 60 000 ; (c) 100 000 ; (d) 130 000 [Provan 91]

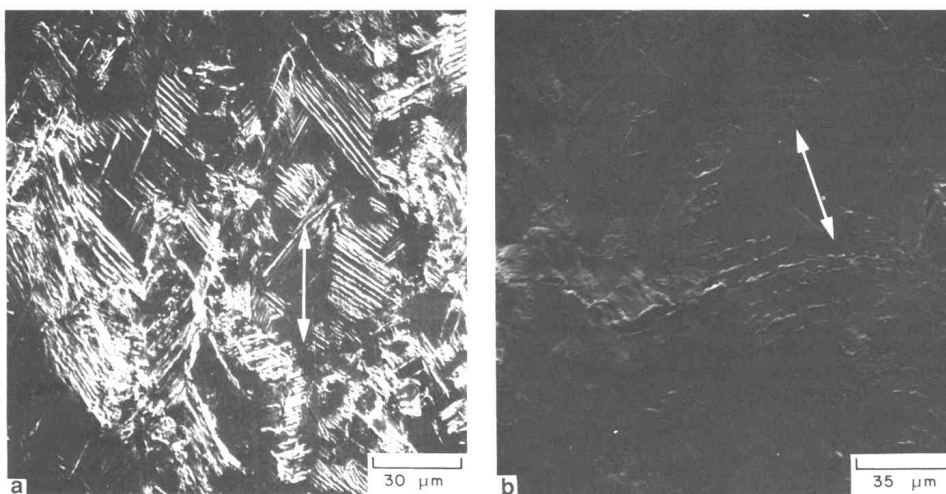


Figure IV.3.4 Image de la surface (a) le site le plus déformé et (b) le site d'amorçage de la fissure (La flèche montre l'axe de chargement) [Provan 91]

Des observations similaires sont constatées dans notre étude. La figure IV.3.5 présente le site d'amorçage de la fissure d'une éprouvette en cuivre laminé à chaud à $\Delta\sigma/2 = 105$ MPa – 3.1×10^7 cycles.

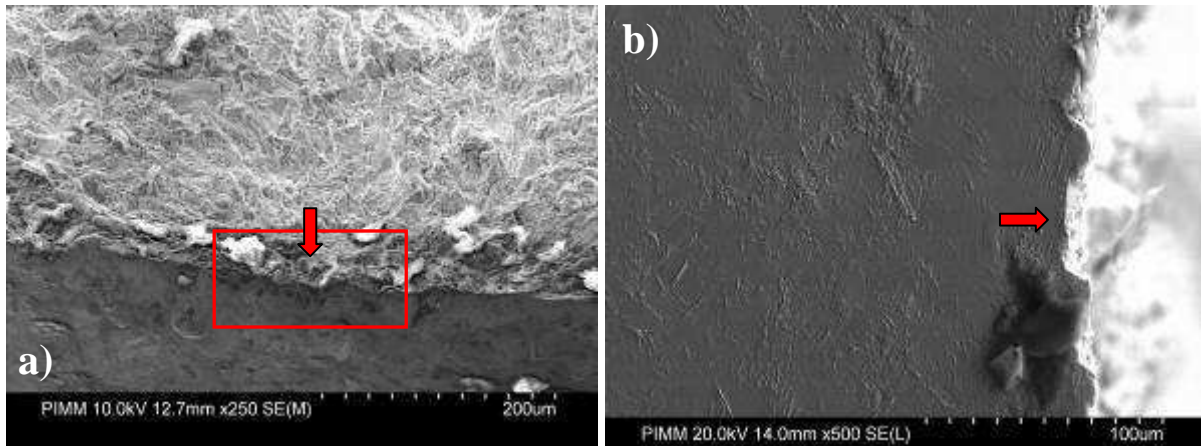


Figure IV.3.8 Site d'amorçage (la flèche) (a) Vue du faciès de rupture (b) Vue en surface sur le cuivre laminé à chaud à $\Delta\sigma/2 = 105$ MPa – 3.1×10^7 cycles.

Le bord de la fissure au site d'amorçage reste lisse. La longueur de cette partie est de 30 μm . Nous constatons une bonne corrélation entre l'observation du faciès de rupture et celle de la surface de l'éprouvette.

Ensuite, l'allure de la surface de l'éprouvette au site d'amorçage et le long de la fissure a été observée au

MEB (Figure IV.3.6). En s'éloignant du site d'amorçage, le bord de la fissure devient plus rugueux et la déformation locale est plus forte. Un zoom sur le site d'amorçage montre que la fissure s'amorce sur une partie d'un joint de grain séparant un grain fortement plastifié au joint de grain (présence des bandes de glissement qui partent du joint) et un grain faiblement plastifié au joint (aucune trace de glissement visible). (Figure IV.3.7)

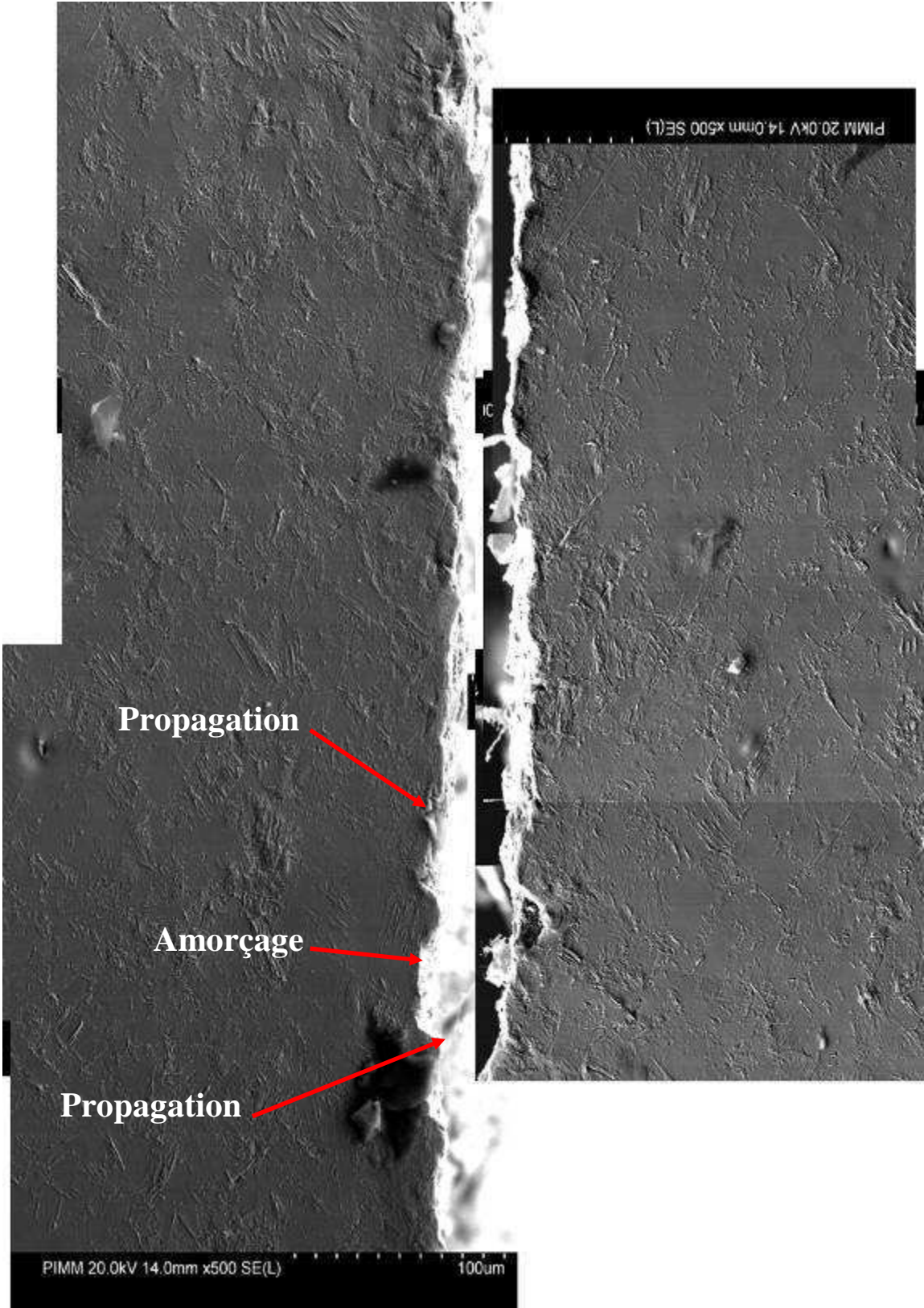


Figure IV.3.6 Allure de la fissure en surface de l'éprouvette au site d'amorçage et la phase de propagation autour

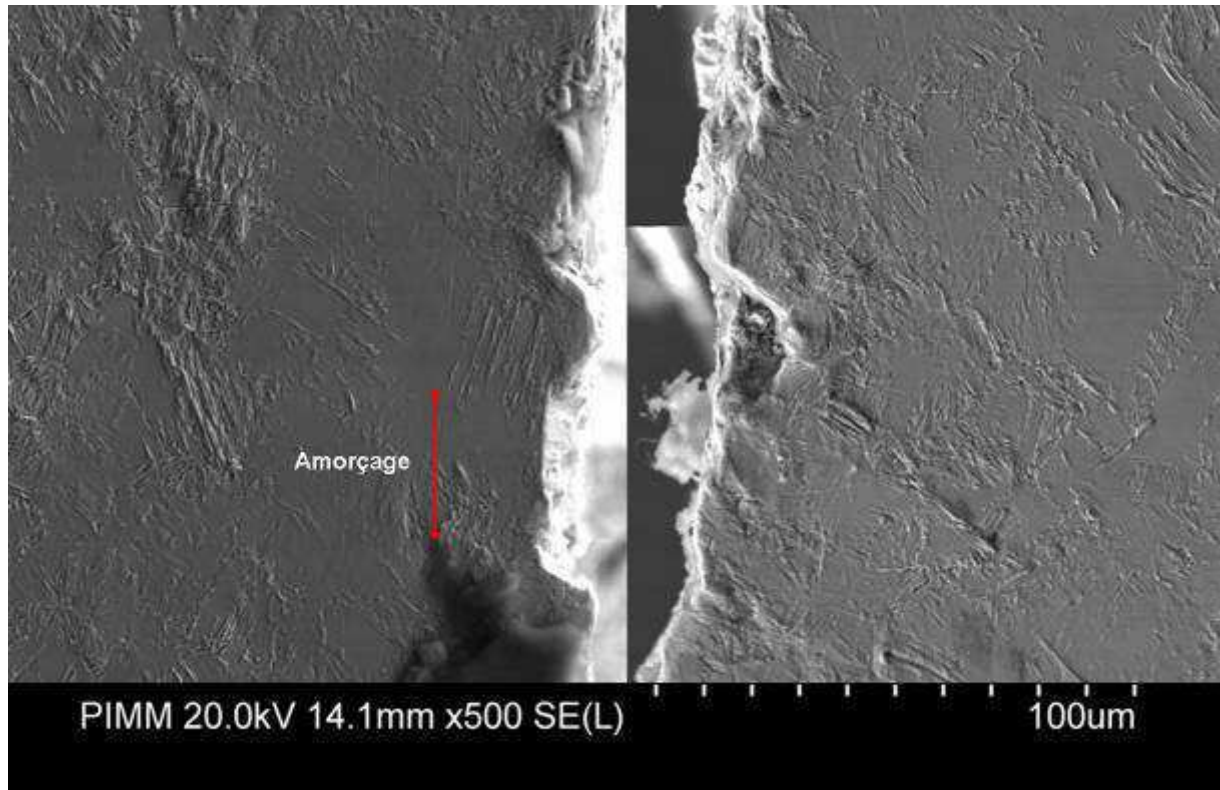


Figure IV.3.7 Site d'initiation de la fissure de fatigue (Cuivre laminé)

Les mêmes observations sont exécutées sur l'éprouvette en cuivre étiré. Le faciès d'une éprouvette en cuivre étiré sollicité à $\Delta\sigma/2_{\max} = 104$ MPa et 2.1×10^9 cycles est présenté sur le Figure IV.3.8. Un zoom sur le site d'amorçage montre que la profondeur de la fissure principale est de $12.8 \mu\text{m}$ et la longueur du site d'amorçage est environ $50 \mu\text{m}$.

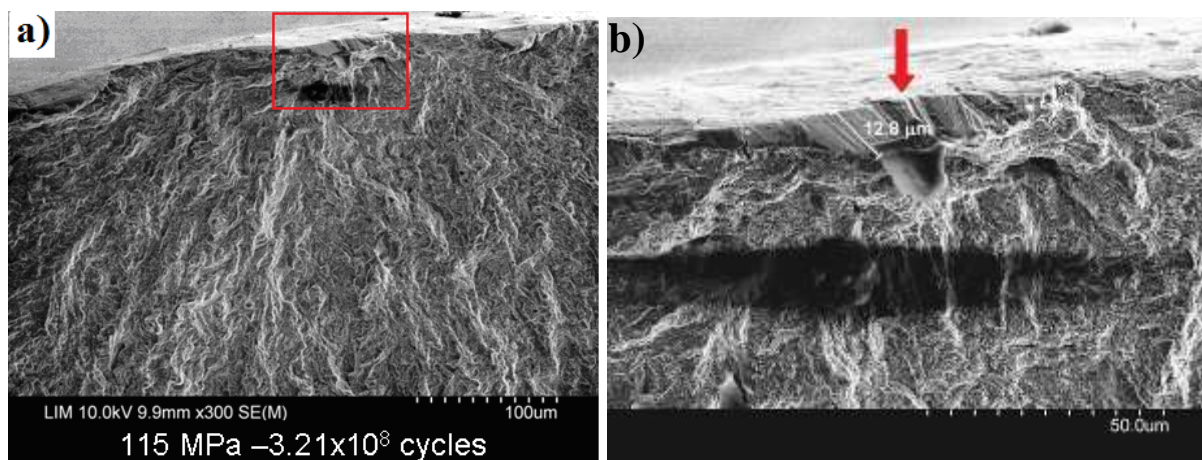


Figure IV.3.8 (a) Faciès de rupture (b) Site d'amorçage (la flèche) sur le cuivre étiré à $\Delta\sigma/2_{\max} = 104$ MPa et 2.1×10^9 cycles

L'allure de la fissure en surface avant la rupture a été observée sur MEB et est présentée sur la figure IV.3.9. Les bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette en cuivre étiré sont plus longues que celles en cuivre laminé à chaud à cause de la taille de grain. Cela facilite l'observation. L'amorçage de la fissure et la phase de propagation en surface de l'éprouvette sont identifiées.

La figure IV.3.10 présente le zoom du site d'amorçage de la fissure. Nous observons aussi que la fissure s'amorce sur une partie d'un joint entre un grain fortement plastifié (présence de bandes de glissement qui partent du joint de grain) et un grain non plastifié (aucune trace de glissement visible). La longueur en surface de la zone d'amorçage est d'environ 40 μm . Cela correspond à l'observation sur le faciès de rupture. Un zoom de cette zone (Fig. IV.3.11.a) révèle la présence de marches sur les bandes de glissement qui se prolongent sous forme de lignes suggérant l'activation d'un système secondaire. Le bord de la fissure dans cette partie est lisse. Elle signifie une nucléation progressive. La fissure se propage plus rapidement en phase de propagation. Cette propagation est couplée à une activité plastique forte : de nombreuses bandes de glissement sont observées sur les bords de la zone d'amorçage et le bord de la fissure est déformé fortement. Sur le zoom de la phase de propagation de la fissure (Figure IV.3.11.b), la paroi de la fissure est très rugueuse. Elle signifie une propagation brutale de la fissure de fatigue.

La figure IV.3.12 présente une autre observation au site d'amorçage de la fissure sur une éprouvette à $\Delta\sigma/2 = 105 \text{ MPa} - 5.7 \times 10^8$ cycles. Les mêmes mécanismes de formation de la fissure sont observés.

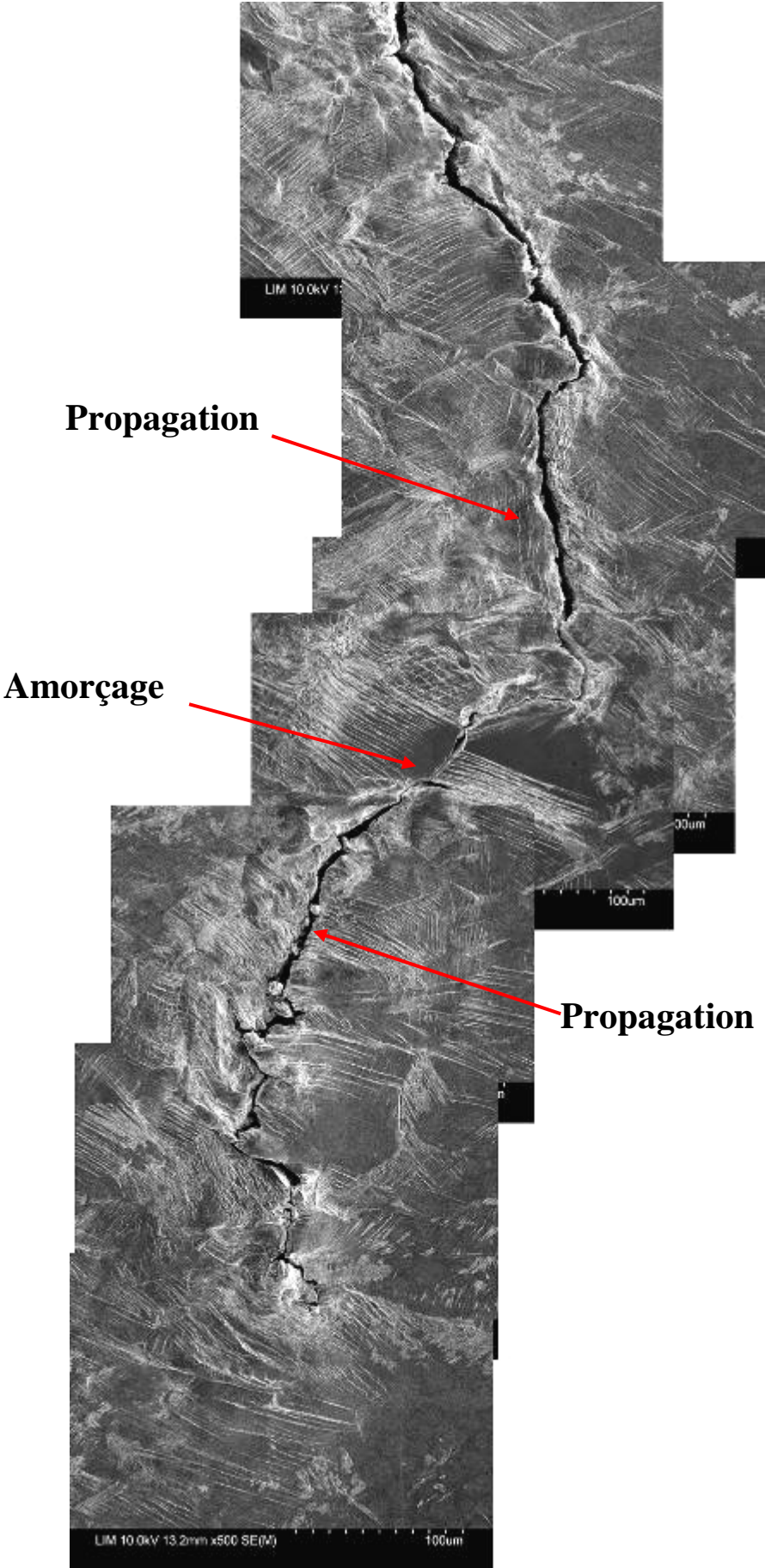


Figure IV.3.9 Allure de la fissure en surface au site d'amorçage

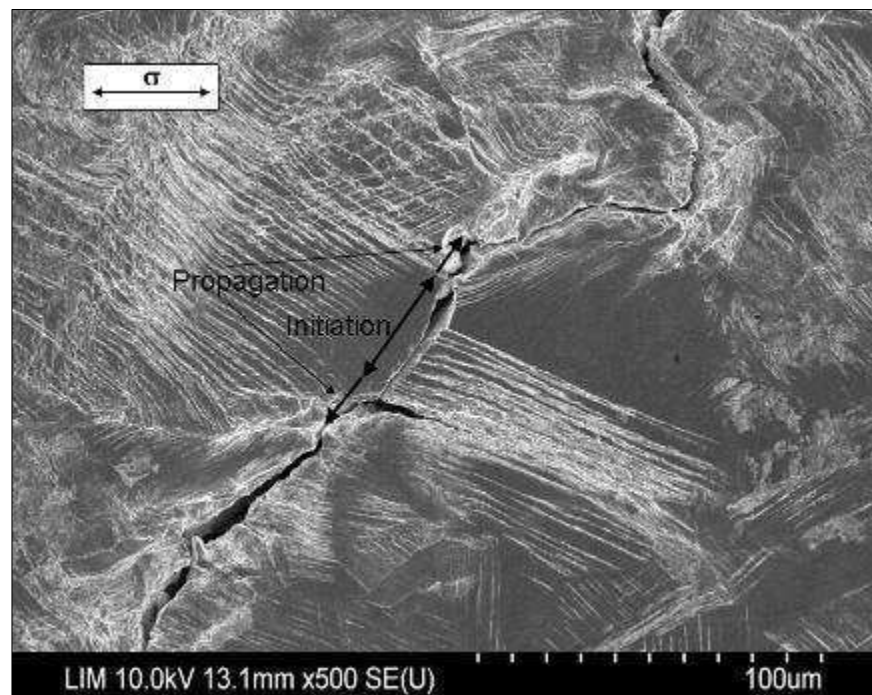


Figure IV.3.10 Fissure de fatigue au milieu de l'éprouvette (Cuivre étiré)
à $\Delta\sigma/2_{\text{max}} = 104 \text{ MPa}$ et 2.1×10^9 cycles

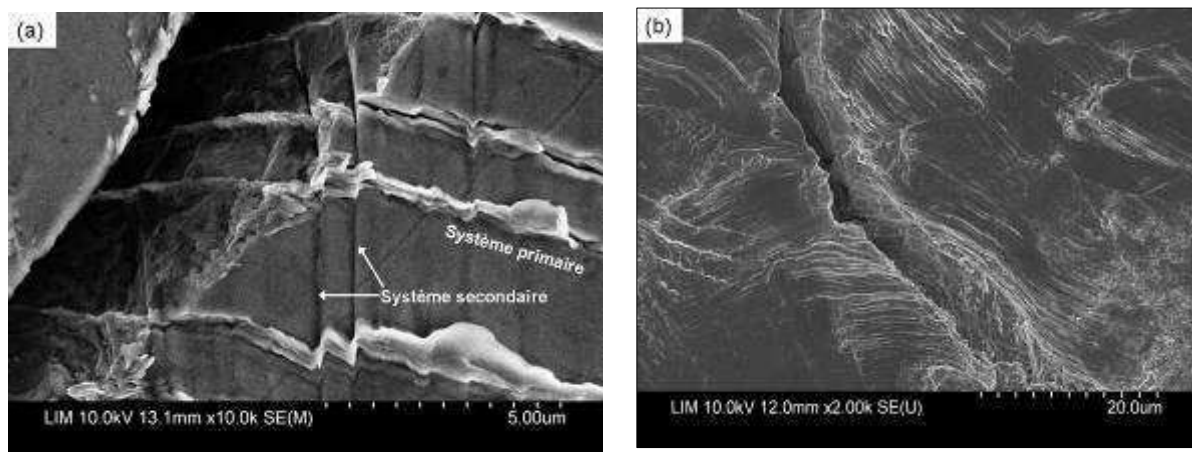


Figure IV.3.11 (a) Surface de l'éprouvette dans le stade d'amorçage
et (b) dans le stade de propagation (Cuivre étiré)

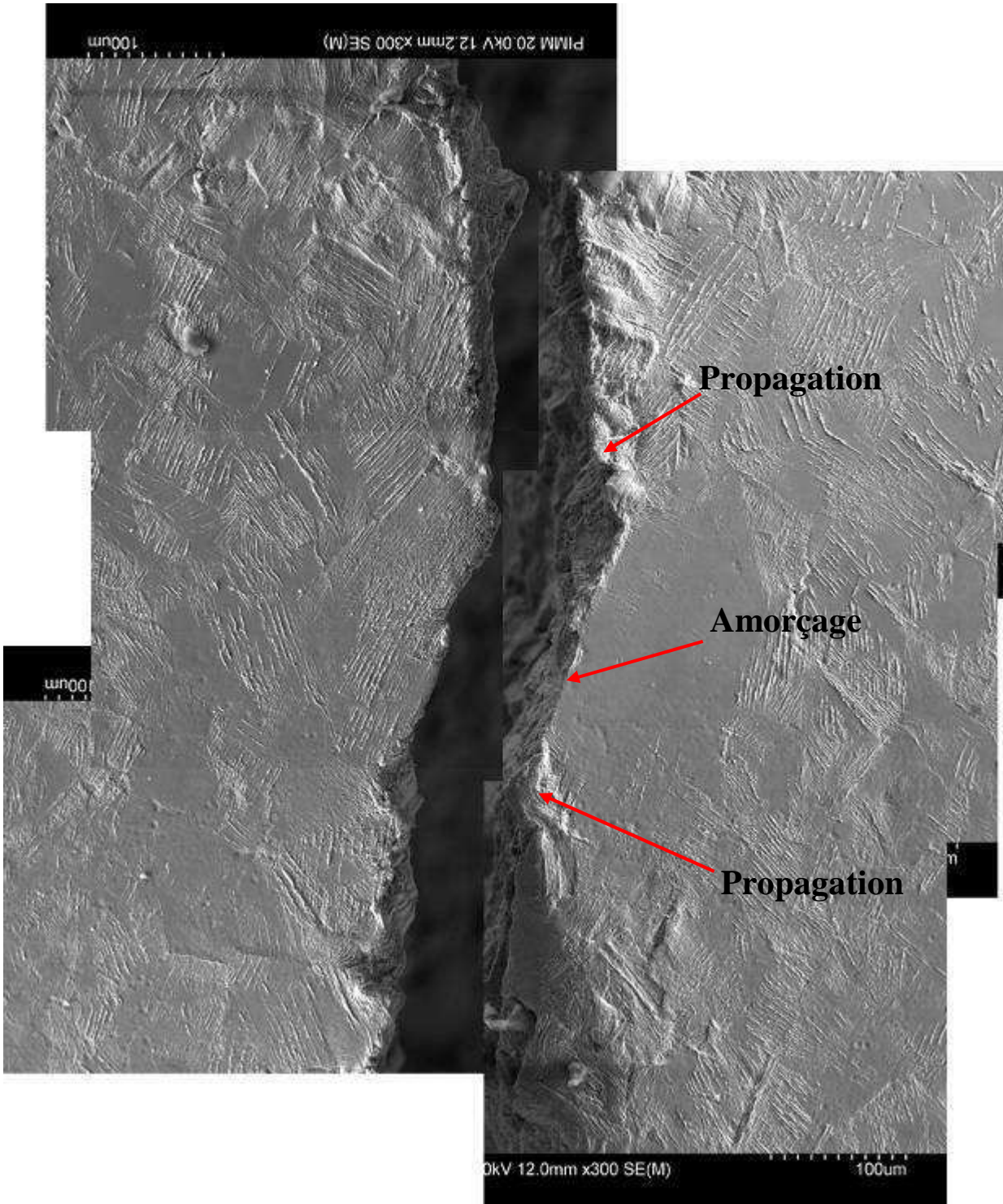


Figure IV.3.12 Allure de la fissure de fatigue en surface de l'éprouvette (Cuivre étiré)

$$\Delta\sigma/2 = 105 \text{ MPa} - 5.7 \times 10^8 \text{ cycles}$$

Plusieurs études [Huang 00] ; [Laird 76] ; [Kim 78] ; [Figueroa 83] confirment que les fissures de fatigue dans du cuivre polycristallin s'amorcent aux joints de grain lorsque l'amplitude de déformation plastique est élevée. Lors des amplitudes de déformation plastique faibles, l'amorçage de fissure peut-être observé sur des bandes de glissement persistantes (PSB) et également sur les joints de grain/macle qui restent toujours des sites plus favorables à l'amorçage de fissures. Des observations expérimentales de l'amorçage de fissures de fatigue dans le cas du cuivre polycristallin aux différentes amplitudes de déformation ($\Delta\epsilon/2$) de 1×10^{-3} à 4×10^{-3} sont rapportées par Huang H.L et al [Huang 00]. A une amplitude de déformation faible de $\Delta\epsilon/2 = 1 \times 10^{-3}$, les fissures sont observées également aux PSB et aux joints de grains. Néanmoins, quand 15 – 20 μm de la surface de l'éprouvette sont enlevés par polissage électrolytique, seules des fissures aux joints de grains sont observées. Ce résultat prouve que les fissures amorcées aux joints de grain sont plus profondes. Elles auront par conséquent la plus forte probabilité à entraîner une propagation de fissure et la rupture finale.

De plus, en observant la structure de dislocation au voisinage des fissures de fatigue, les mêmes auteurs confirment que l'amorçage de la fissure aux joints de grain est le résultat de l'interaction des PSB avec le joint de grain. Les PSB avec leur structure de dislocation en échelle caractéristique créent un profil d'extrusion/intrusion sur le joint de grain (Figure IV.3.13.a). Cela force le joint de grain à s'ouvrir. D'ailleurs, l'évolution des dislocations proches des joints de grains ou macles sont plus faciles et intenses qu'à l'intérieur du grain [Lim 87], [Wang 88], [Llanes 92]. Mais pour initier la fissure au joint de grain, il faut l'activation de plusieurs systèmes de glissement. On observe des PSB entourées de structures en veine proche du joint de grain (Figure IV.3.13.b).

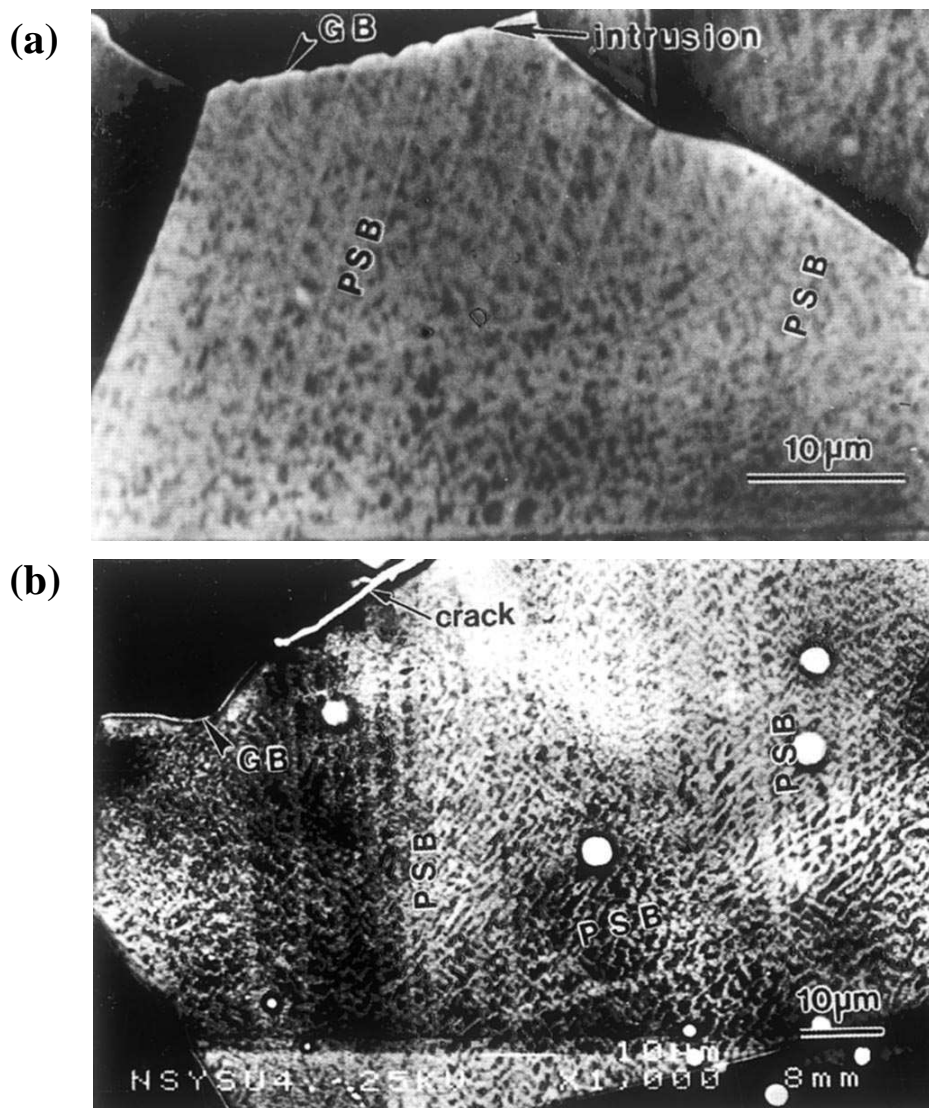


Figure IV.3.13 (a) Interaction entre les PSB et le joint de grain
 (b) Fissure au joint de grain où plusieurs systèmes sont activés
 Produisant des PSB entourée de structure en veine. [Huang 00]

Les fissures inter-granulaires ont donc été observées dans le cuivre sollicité en fatigue dans une large gamme d'amplitude de déformation [Mughrabi 83], [Kim 78], [Figuroa 83], [Christ 89]. Dans une étude sur l'évolution de la déformation plastique en surface pendant le chargement en fatigue d'un cuivre polycristallin de taille de grain moyenne de 40 μm, où l'amplitude de déformation appliquée est entre 1.61×10^{-3} et 2.55×10^{-3} , Cretegy et al [Cretegy 01] ont constaté que, dans quasiment tous les cas, les fissures s'amorcent au joint entre un grain qui possède une déformation plastique considérable et un autre grain qui ne montre pas beaucoup de bande de glissement (Figure IV.3.13). L'incompatibilité de déformation plastique entre les 2 grains doit être à l'origine de l'amorçage de cette fissure inter-granulaire.

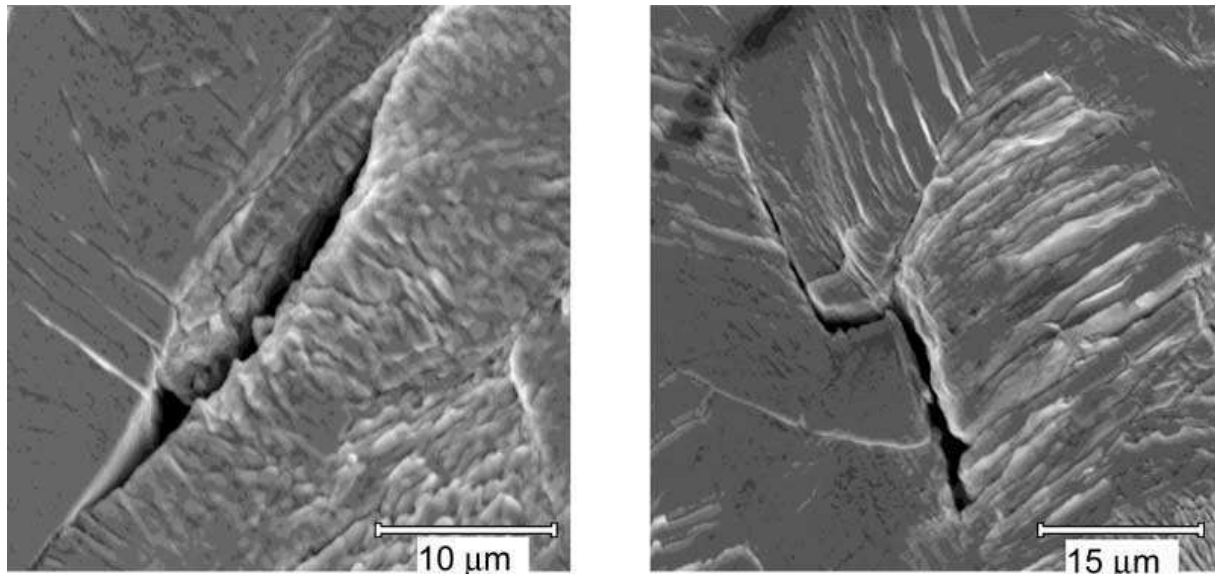


Figure IV.3.13 Fissures inter-granulaires qui se sont formées dans un cuivre polycristallin sous chargement cyclique à différentes amplitudes de déformation.

Les fissures sont généralement formées au joint entre un grain présentant une déformation plastique considérable et un autre avec une déformation plastique beaucoup moins visible.

[Cretegy 01]

Ce résultat trouve un bon accord avec les observations présentées dans cette étude. Ces mécanismes donnent des éléments pour expliquer pourquoi dans notre étude, l'amorçage de fissure est principalement situé aux joints entre un grain plastifié avec l'activation de multi-système de glissement et un autre avec une déformation plastique beaucoup moins visible.

IV.4 CONCLUSION :

La courbe S-N quasi-isotherme dans le régime VHCF des 2 cuivres purs étudiés, laminé à chaud et étiré, ont été établies expérimentalement à 20 kHz. Dans le cas du cuivre laminé, elle est en bon accord les travaux de Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 07]. Le cuivre étiré présente une résistance en fatigue supérieure à celle du cuivre laminé en lien avec sa plus grande limite d'élasticité. De plus, les résultats expérimentaux en régime VHCF prouvent qu'il n'y a pas de « limite de fatigue » dans le sens conventionnel à $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 2.5 \times 10^{-5}$. Néanmoins, une asymptote de la courbe S-N semble exister à 90-92 MPa pour lesquels la rupture n'est pas observée jusqu'à 1×10^{11} cycles.

Un effet de la fréquence de sollicitation a été observé sur le comportement en fatigue : la durée de vie augmente avec la fréquence pour une amplitude de contrainte donnée ; la résistance à la fatigue augmente avec la fréquence pour un nombre de cycles donné.

La rupture par fatigue dans le cuivre pur polycristallin s'amorce à la surface de l'éprouvette et est intergranulaire. La fissure se forme préférentiellement sur un joint séparant un grain fortement plastifié et un grain très peu plastifié.

Dans la suite de ce mémoire, nous nous proposons d'étudier de manière approfondie l'évolution de la microplasticité en fatigue du régime VHCF en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de contrainte.

La microplasticité en fatigue étudié par l'évolution des bandes de glissement et la dissipation intrinsèque sera présentée dans les chapitres suivants. Afin de négliger les effets de texture et de l'état résiduel du matériau et pour que nos résultats soient comparables à ceux de Stanzl-Tschegg et al (2007, 2009...), les observations et les analyses présentées dans les chapitres suivants sont exécutées seulement sur le cuivre laminé à chaud (Griset).

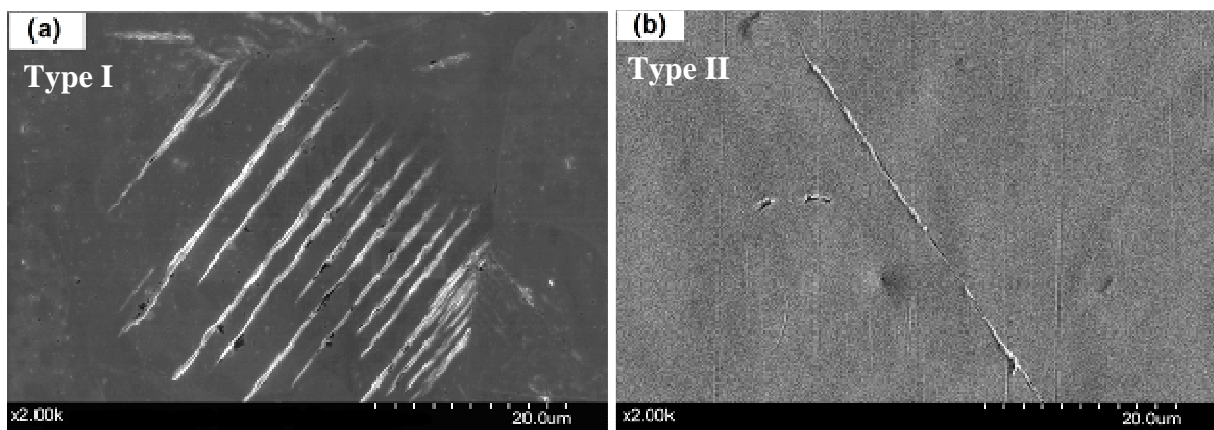
Chapitre V

OBSERVATION DES TRACES DE PLASTICITE SUR LA SURFACE DES EPROUVETTES SOLLICITEES EN FATIGUE

Dans ce chapitre, nous présentons l'évolution des traces de plasticité sur la surface de l'éprouvette en cuivre pur laminé à chaud sous chargement cyclique dans le régime VHCF. Ces traces de plasticités seront observées par plusieurs outils : MO, MEB AFM et EBSD. Pour faciliter l'observation, seulement l'éprouvette plate est utilisée. Dans la première partie, les caractéristiques des 3 types de bandes de glissement observés sont présentées. Ensuite, l'évolution des bandes en fonction de l'amplitude de contrainte et du nombre de cycles est étudiée.

V.1. Description des bandes de glissement

Les essais de fatigue sur la machine de fatigue ultrasonique sont effectués dans la gamme d'amplitude de contrainte variant de 40 MPa à 110 MPa. Trois types de bandes de glissement sont observés (Figure V.1.1) L'objet de ce paragraphe est de donner une description détaillée de ces 3 types de bandes de glissement.



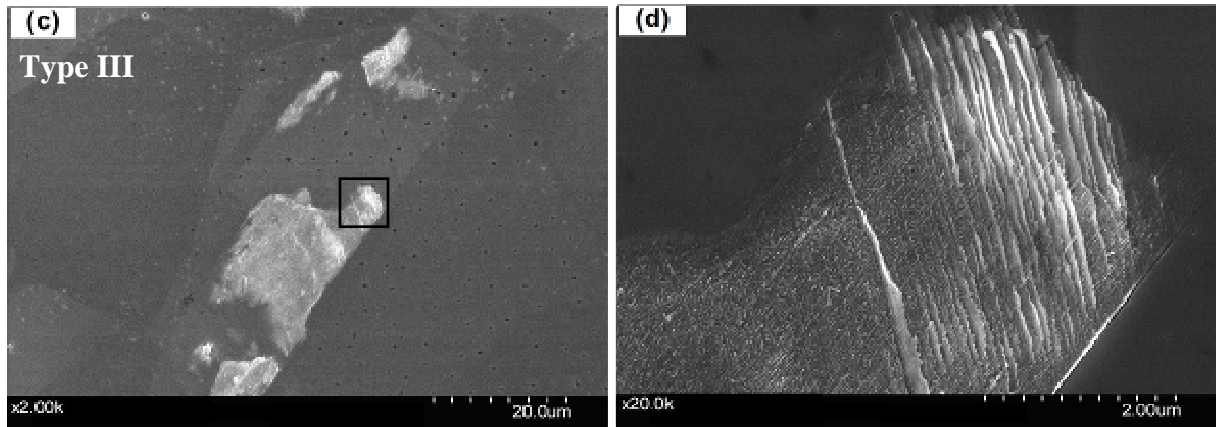


Figure V.1.1 Allure des 3 types de bandes de glissement observés en surface des éprouvettes de cuivre pur polycristallin sollicitées en fatigue. Les micrographies sont à la même échelle type I (a) ; type II (b) ; type III (c) et un zoom des bandes de type III (d)

V.1.1 Bandes de glissement de type I :

Le premier type des bandes (Type I) est formé typiquement d'une petite dizaine de bandes longues et droites, parallèles entre elles, espacées de quelques microns les unes des autres et traversant un grain.

Les bandes de type I apparaissent en noir en microscopie optique et sont très facilement visibles (Figure V.1.2). Quand on les observe, elles sont très souvent présentes dans plusieurs grains et préférentiellement les gros grains. La figure V.1.2 montre une quinzaine de grains présentant des bandes de glissement sur une zone de $400 \times 260 \mu\text{m}^2$ (ce nombre de grains plastifiés dépend bien sûr de la contrainte appliquée et du nombre de cycles). Une observation à un taux de grossissement supérieur sur MEB indique qu'elles sont plus marquées au niveau des joints de grain (noté GB – grain boundary – dans les figures) et sont donc très probablement initiées dans ces zones. La largeur de ces bandes est variée de $0.5 \mu\text{m}$ à $3 \mu\text{m}$. La distance entre les bandes dépend de la taille de grain. Elle est plus grande pour les grains les plus gros. A titre d'exemple, pour une taille de grain moyenne de $22 \mu\text{m}$, la distance entre les bandes de type I est de l'ordre de $5 \mu\text{m}$ (Figure V.1.3). Visuellement, nous constatons que le relief des ces bandes est assez important alors qu'entre les bandes, la surface du grain reste lisse.

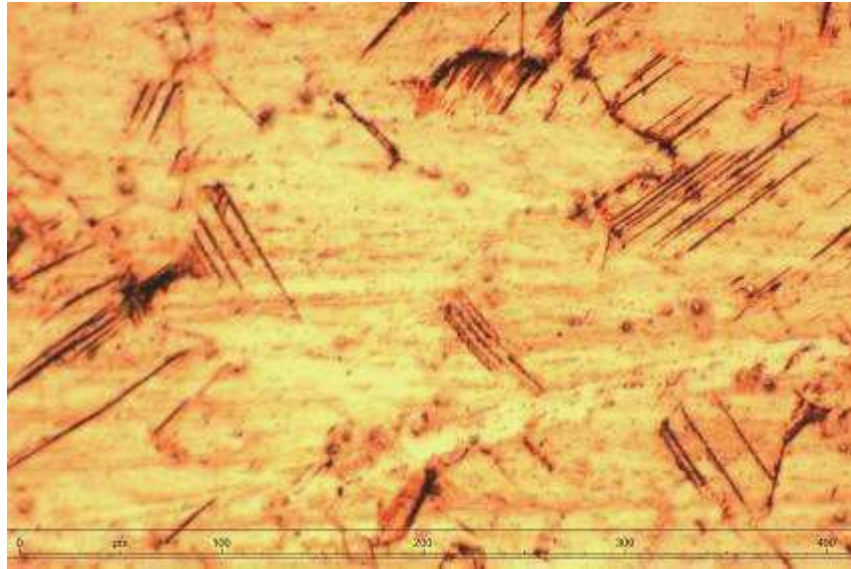


Figure V.1.2 Une vue large des bandes de type I sur MO

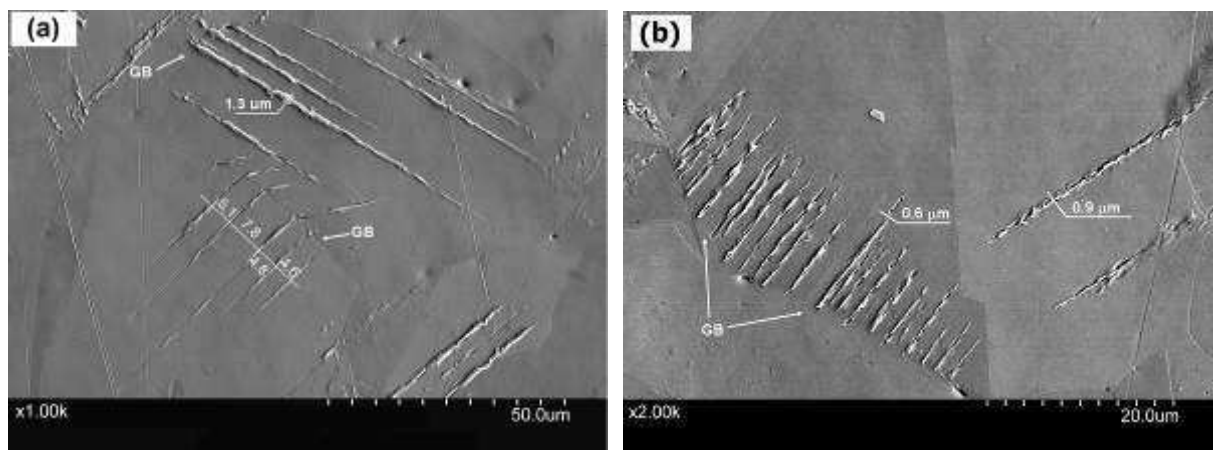


Figure V.1.3 Les bandes de type I - obtenue à $\Delta\sigma/2 = 88.9 \text{ MPa} - 10^6$ cycles

Le relief des bandes de type I a été mesuré quantitativement par AFM. La figure V.1.4 présente des bandes de type I dans une zone $100 \times 100 \mu\text{m}^2$. Le relief unidimensionnel transversalement aux bandes de type I montre que la hauteur des bandes est de l'ordre de 700 nm alors que la largeur des bandes est d'environ $2 \mu\text{m}$.

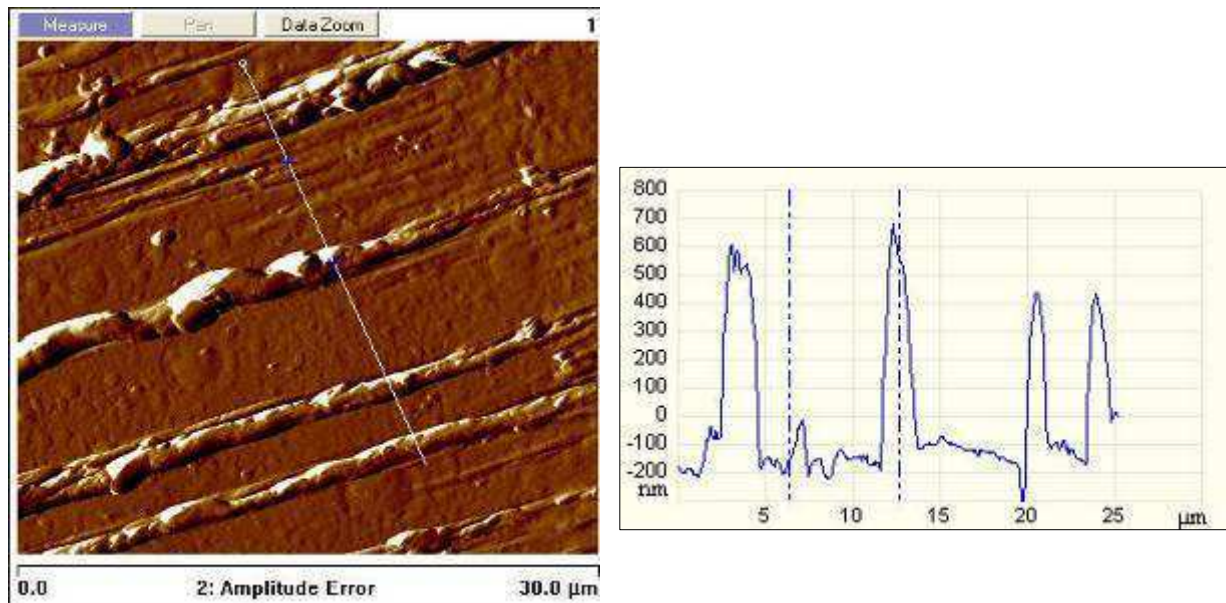


Figure V.1.4 Bandes de type I observées par AFM à $\Delta\sigma/2 = 88.9 \text{ MPa} - 10^6$ cycles

Dans certains cas, des grains présentent deux directions de bandes (Figure V.1.5). Ces cas restent limités à quelques grains et aux fortes amplitudes de contrainte lorsque toute la zone centrale de l'éprouvette est couverte de bandes.

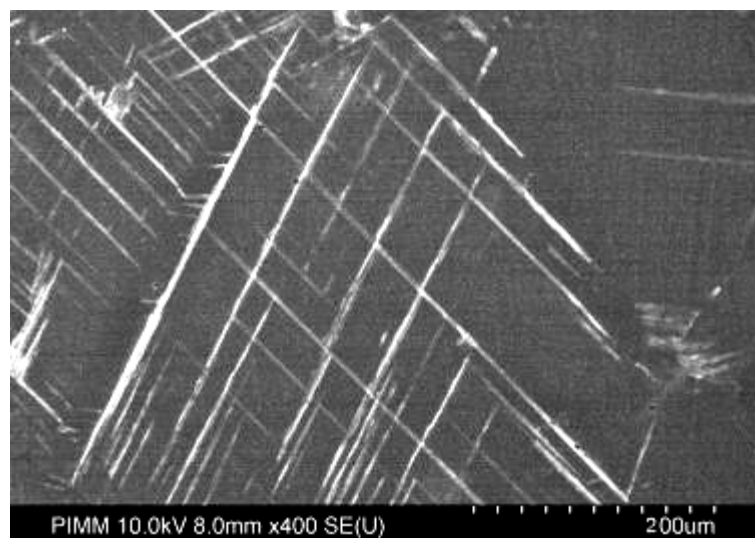


Figure V.1.5 Plusieurs systèmes de bandes de glissement de type I dans un même grain

V.1.2 Bandes de glissement de type II :

Les bandes de type II sont longues et droites mais se présentent seules. Elles sont facilement observables en MO : elles apparaissent isolées. Quand on les observe seules au début de leur apparition, on n'en trouve que quelques-unes. La figure V.1.6 montre 3 bandes de type II

dans une zone de $180 \times 130 \mu\text{m}^2$. Ces bandes se situent au niveau et le long des joints de grain (GB – grain boundary) ou joints de macles (TB – twin boundary) (Figure V.1.6).

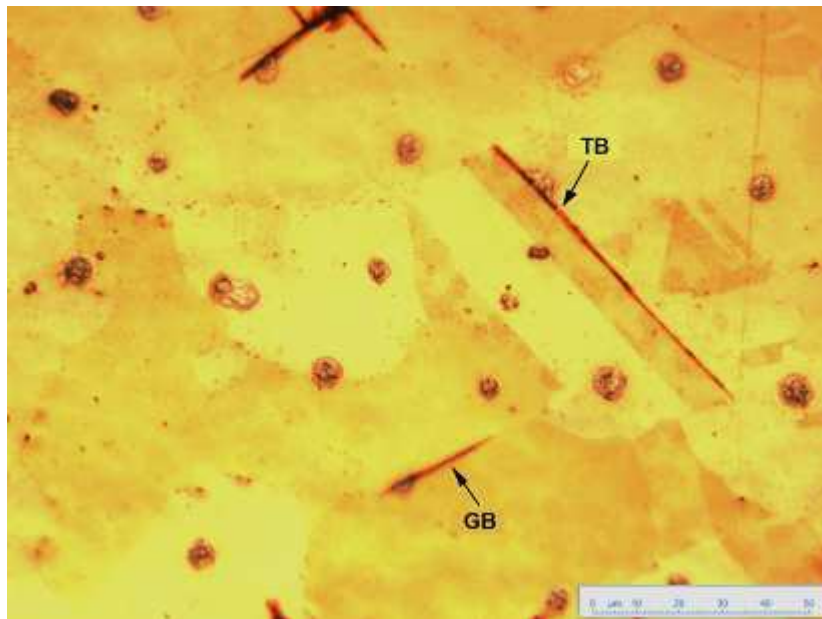


Figure V.1.6. Vue large des bandes de type II sur MO

$$\Delta\sigma/2 = 52 \text{ MPa} - 1 \times 10^8 \text{ cycles}$$

La largeur des bandes du type II est similaire à celle des bandes du type I et varie de $0.5 \mu\text{m}$ à $2 \mu\text{m}$. La longueur de la bande dépend de la longueur du joint de grain où la bande est formée. Ce type de bande est souvent observé au joint de gros grains et grosses macles : leur longueur est supérieure à $30 \mu\text{m}$ et est donc bien supérieure à la taille moyenne des grains ($22 \mu\text{m}$). Leur largeur est de l'ordre de $0.5 \mu\text{m}$ (Fig. V.1.7.a) Une étude de la microstructure par EBSD autour de ces bandes a confirmé que ce type de bande se forme au joint de grain ou au joint de macle (Figure V.1.7.b).

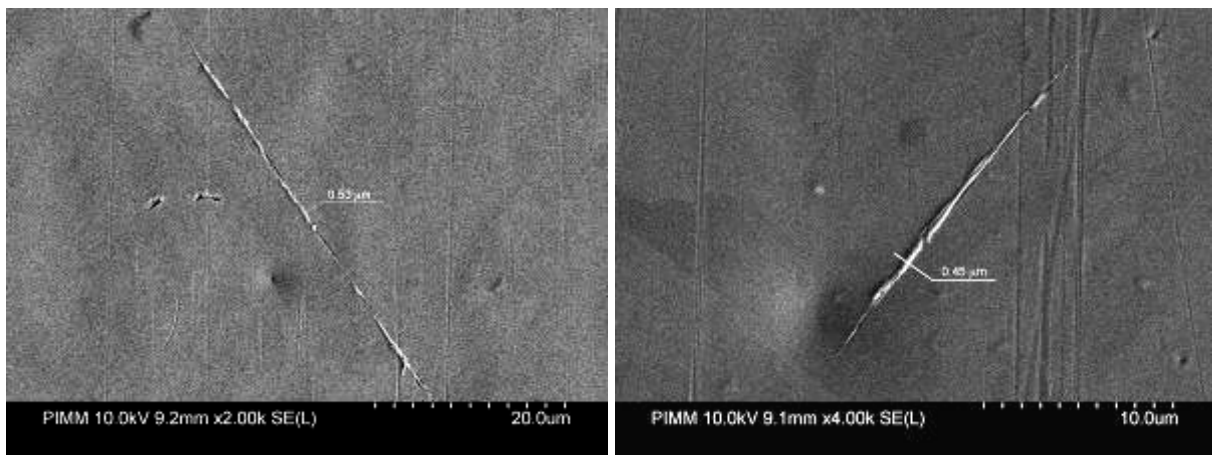


Figure V.1.7.a Bandes de type II sur MEB à $\Delta\sigma/2 = 57.5 \text{ MPa} - 10^7 \text{ cycles}$

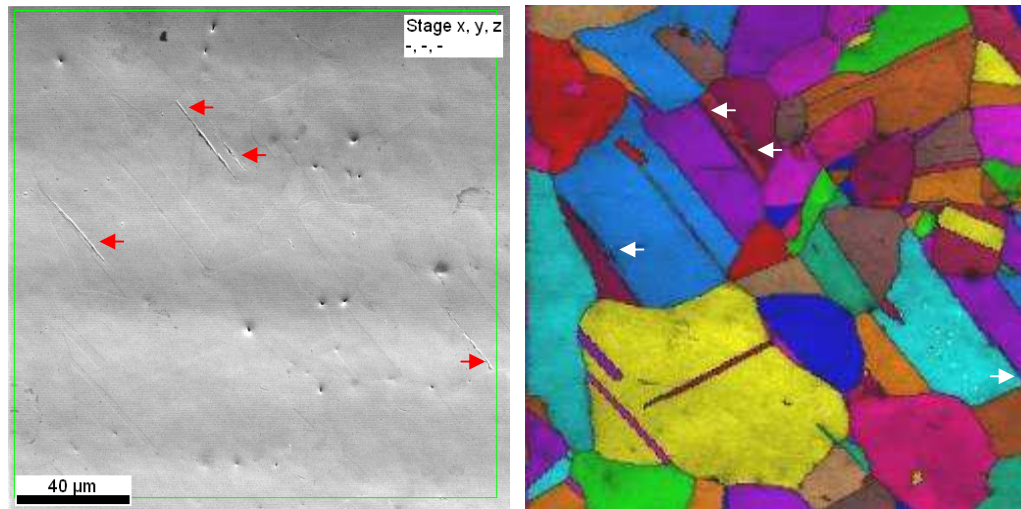


Figure V.1.7.b Bandes de glissement du type II formées aux joints de grain ou joints de macle
à $\Delta\sigma/2 = 57.5 \text{ MPa} - 10^7 \text{ cycles}$

Par ailleurs, la majorité des bandes de type II s'est formée aux joints de grain de forte désorientation, typiquement supérieure à 58° ou aux joints de macle, où la désorientation du joint est de 60° . Une mesure a été effectuée sur 4 zones de $170 \times 170 \mu\text{m}^2$ au centre d'une éprouvette sollicitée à $56.4 \text{ MPa} \cdot 10^7 \text{ cycles}$ avec 11 bandes de type II formées. Toutes ces bandes se sont formées sur des joints de désorientation supérieure à 58.6° dont 7 joints de macle (63%) et 4 joints de grain (37%). Une observation sur des zones plus larges de $1000 \times 1000 \mu\text{m}^2$ au milieu de l'éprouvette et sur différentes éprouvettes sollicitées à différentes amplitudes de contrainte (65MPa, 75 MPa, 80 MPa et 90 MPa) à 10^6 cycles réalisée par Nicolas MARTI, doctorant en thèse sur le projet DISFAT, prouve que 69.8 % des bandes de type II se sont formées aux joints de désorientation supérieure à 58° (Figure V.1.8). Ce pourcentage est d'autant plus grand que l'amplitude de contrainte est faible (Figure V.1.9).

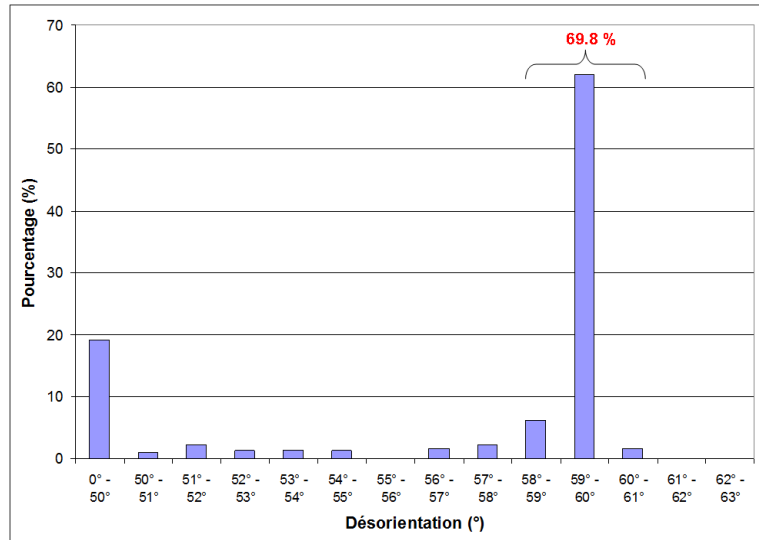


Figure V.1.8 Distribution des désorientations des joints où les bandes de type II se sont formées à différentes amplitudes de contrainte (65MPa, 75 MPa, 80 MPa et 90 MPa) à 10^6 cycles

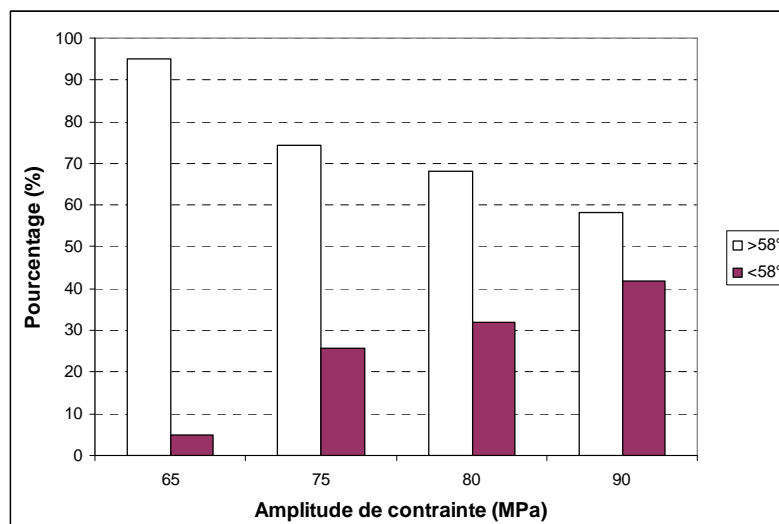


Figure V.1.9 Pourcentage des bandes de type II formées aux joints de désorientation supérieure à 58° et inférieure à 58° aux différentes amplitudes de contrainte

Les bandes de type II sont « persistantes ». La figure V.1.10.a présente les bandes de glissement de type II obtenues à 56.5 MPa - 10^7 cycles. Après cette première sollicitation, l'éprouvette a été polie électrolytiquement pour effacer toutes les bandes de glissement sur la surface. Le chargement est repris à la même amplitude de contrainte jusqu'à 10^7 cycles. Des bandes de glissement ont été retrouvées aux mêmes endroits qu'après la première sollicitation (figure V.1.10.b). Cela prouve que les bandes de glissement observées ne viennent pas d'un phénomène de surface mais sont issues de mécanismes de déformation à l'intérieur du grain. La

structure de dislocation de ce type de bande de glissement sera étudiée dans le cadre de la thèse de Nicolas MARTI.

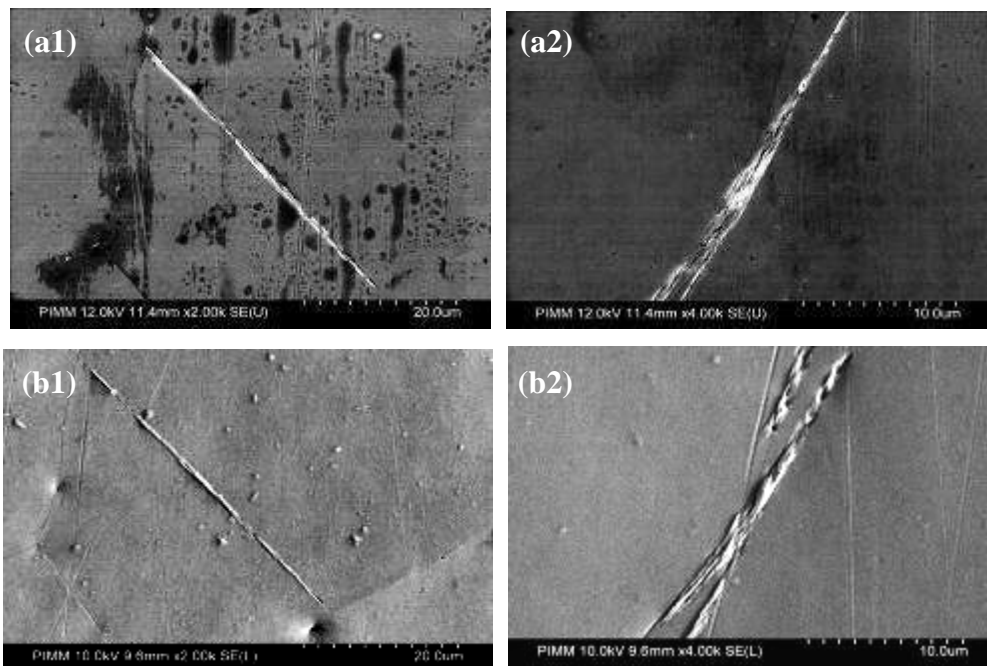


Figure V.1.10. Bandes de glissement de type II – obtenues à 57.5 MPa 10^7 cycles (a)
Après le polissage électrolytique, les bandes sont observées aux mêmes endroits (b)

Le relief des bandes de type II a été mesuré quantitativement par AFM. La figure V.1.11 présente une bande de type II. Elle est très localisée et aucune bande n'est observée autour. Le profil AFM montre que la bande se compose de plusieurs bandes plus petites. La hauteur maximale est de 1 μm , la largeur est de 5 μm .

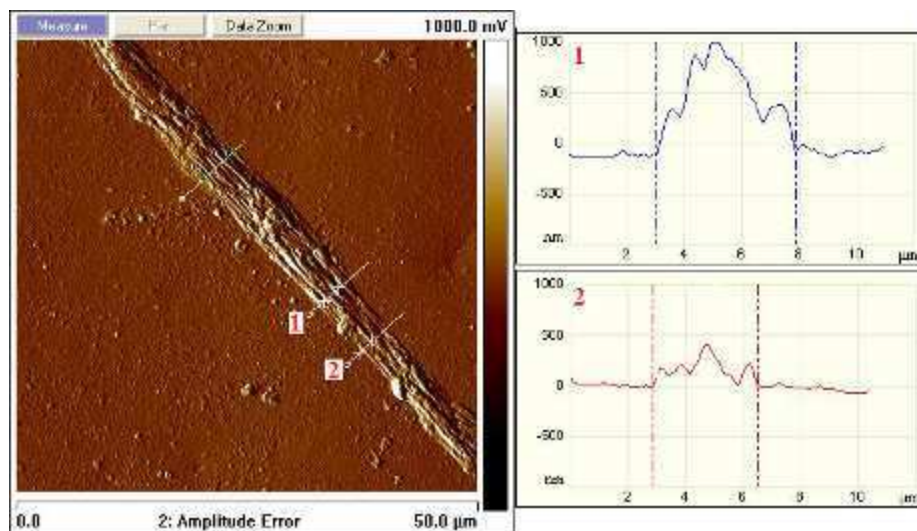


Figure V.1.11. Bande de type II observée par AFM

Les mesures sur AFM réalisées sur plusieurs zones et sur plusieurs éprouvettes donnent une valeur moyenne des bandes de type I et type II : la hauteur moyenne est de 455 nm et la largeur moyenne est de 1.4 μm . Néanmoins, la hauteur des bandes de type II est légèrement supérieure à celle de bandes de type I.

V.1.3 Bandes de glissement de type III :

Le troisième type de bande de glissement (type III) est formé d'un ensemble dense de bandes fines de faible hauteur, très proches les unes des autres. Les premières bandes de glissement de type III qui apparaissent ne sont pas visibles sur microscope optique. Au MEB, on les détecte à un fort taux de grossissement ($\times 2000$). Elles apparaissent très claires et présentent un fort contraste de couleur avec la surface non plastifiée qui est plus sombre (Figure V.1.12). Les zones formées par un ensemble de bandes de type III (amas) sont de quelques μm de large au début de leur apparition. Elles sont donc beaucoup plus petites que les bandes de types I et II. Quand on les observe seules au début de leur apparition, on ne trouve que quelques amas (typiquement un dans une zone de $60 \times 50 \mu\text{m}^2$, Fig. V.1.12a)

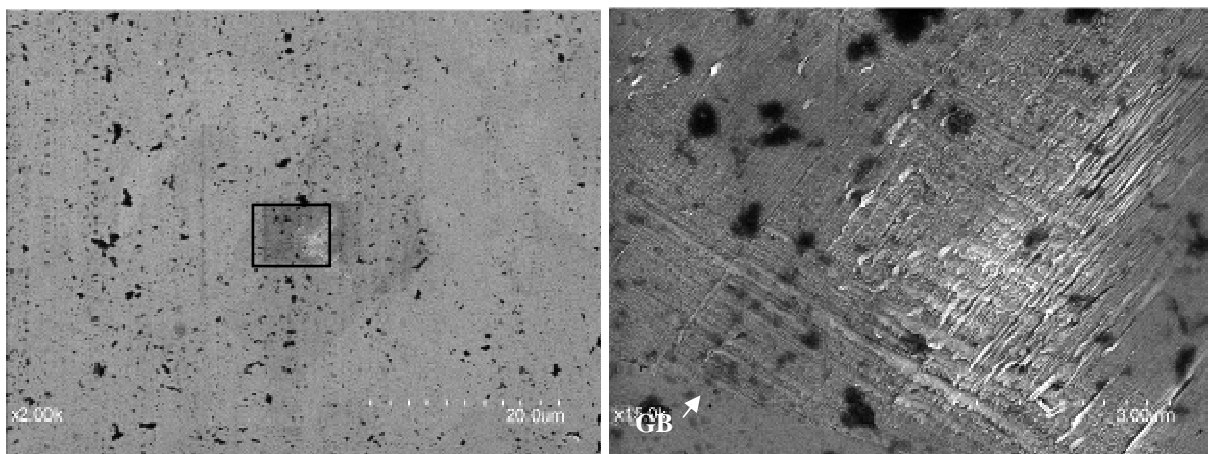


Figure V.1.12. Les premières bandes de glissement du type III sur MEB (a) un zoom (b)

$$\Delta\sigma/2 = 48 \text{ MPa} - 10^8 \text{ cycles}$$

La figure V.1.13 présente des micrographies des bandes de glissement de type III observées par MEB. On constate que ce type de bande se forme à proximité des joints de grain (ou joints de macles). Au début, seulement une partie du grain est plastifié, préférentiellement dans les petits grains et proches de points triples. On rappelle que les bandes de types I et II se forment préférentiellement dans des gros grains. Dans la plupart des cas, on observe la présence

de deux directions de bandes. Par exemple dans la figure V.1.13, les deux directions sont montrées par des flèches. Une des directions est souvent plus marquée que l'autre.

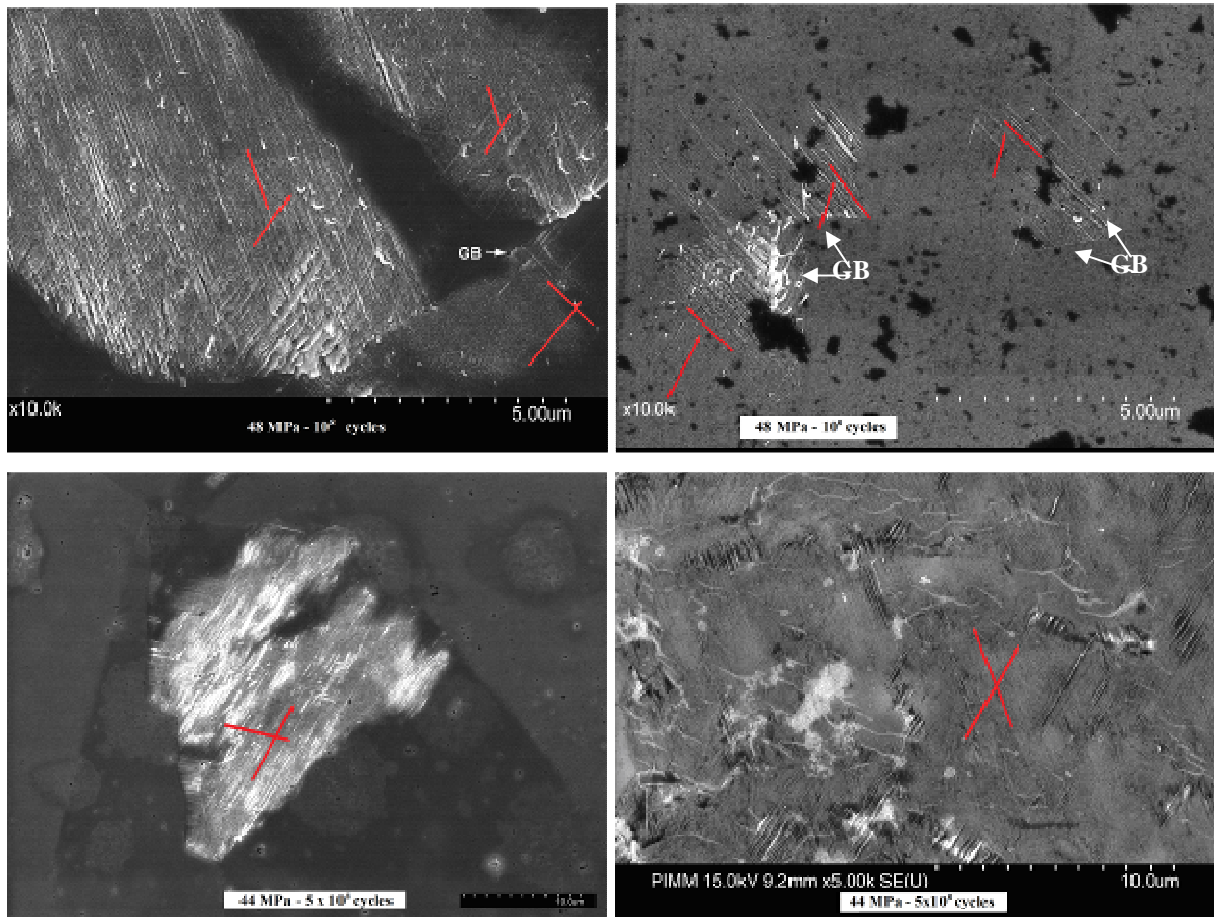


Figure V.1.13 Bandes de glissement du type III

La « persistance » des bandes de glissement de type III est aussi vérifiée par la méthode décrite précédemment. La figure V.1.14.a présente les bandes obtenues à 45.5 MPa après 4.5×10^8 cycles. Ensuite, la surface de l'éprouvette est polie électrolytiquement afin de supprimer les traces de glissement sur la surface. Quand le chargement est repris à même amplitude de contrainte pendant 10^7 cycles, les traces réapparaissent aux mêmes endroits (figure V.1.14.b)

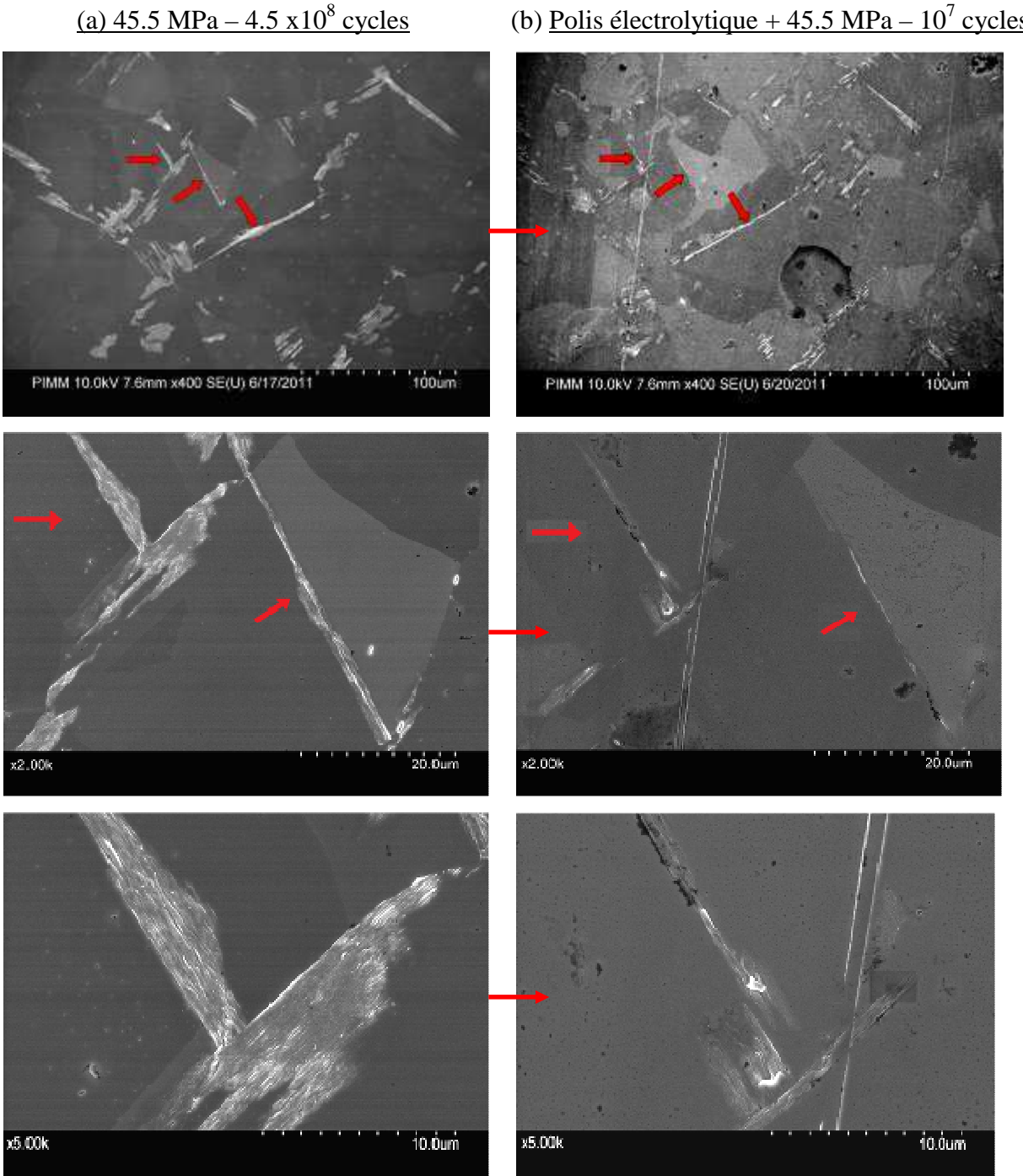


Figure V.1.14. Bandes de glissement de type III à 45.5 MPa (a) 4.5×10^8 cycles et à la même position après polissage électrolytique et nouvelle sollicitation à 45.5 MPa pendant 10^7 cycles (b)

Le relief des bandes de type III a été mesuré quantitativement par AFM (Figure V.1.15). Le relief de ce type de bande est très faible. Il est d'une vingtaine de nanomètres. Parmi les fines bandes, nous observons quelques bandes qui possèdent un relief plus élevé d'environ 50 nm. L'espacement entre bandes et la largeur des bandes sont similaires et de l'ordre de 0.3 μm mais ces valeurs évoluent avec le nombre de cycles et l'amplitude de la contrainte appliquée.

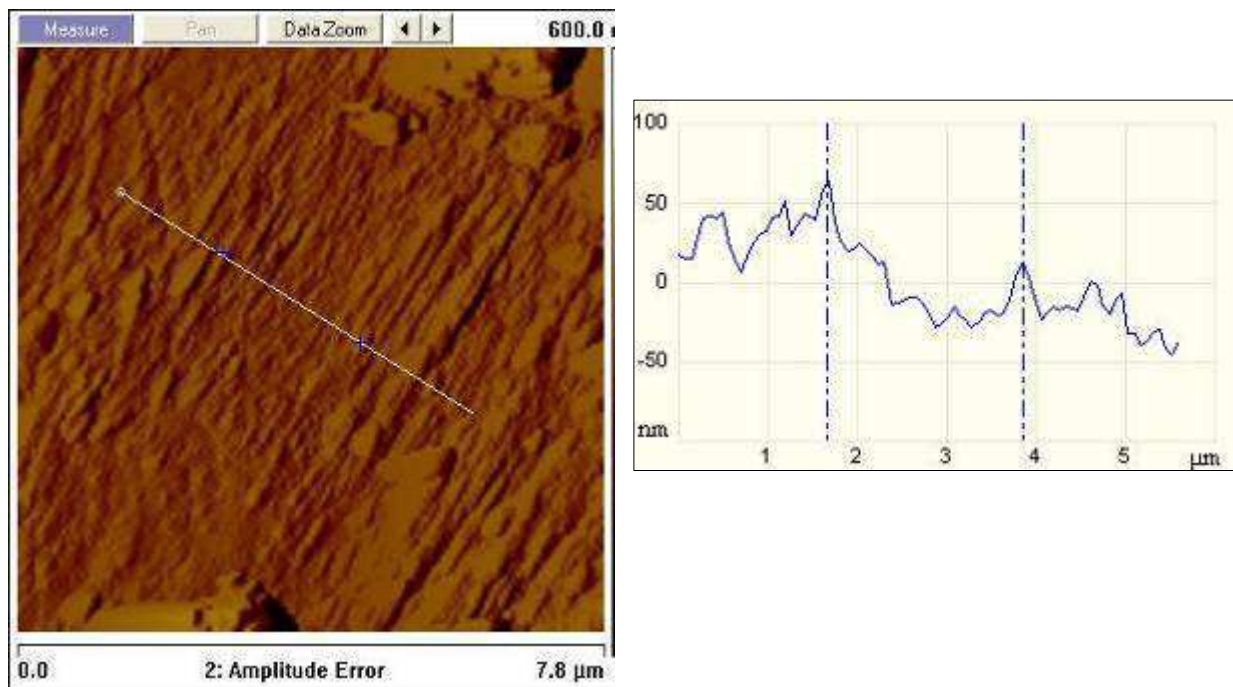


Figure V.1.15 Bandes de glissement de type III observées sur AFM

$$\text{à } \Delta\sigma/2 = 50.2 \text{ MPa} - 2 \times 10^8 \text{ cycles}$$

Après un grand nombre de cycles, les bandes de type III sont observables par MO à $\Delta\sigma/2 = 50.2 \text{ MPa} - 2 \times 10^8 \text{ cycles}$ (Figure V.1.16). Elles se présentent sous forme de taches plus ou moins foncées. Des mesures du relief des bandes de glissement de type III ont été réalisées et analysées sur 4 zones de différents contrastes : zones foncée, moyenne, claire et obscure présentées sur la figure V.1.16.

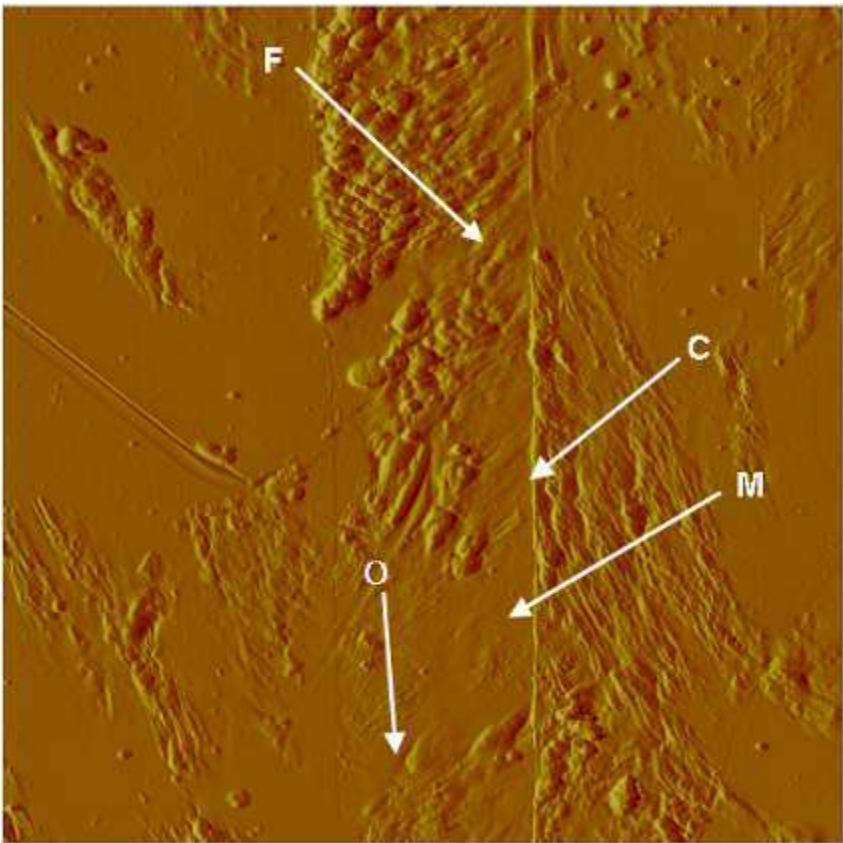
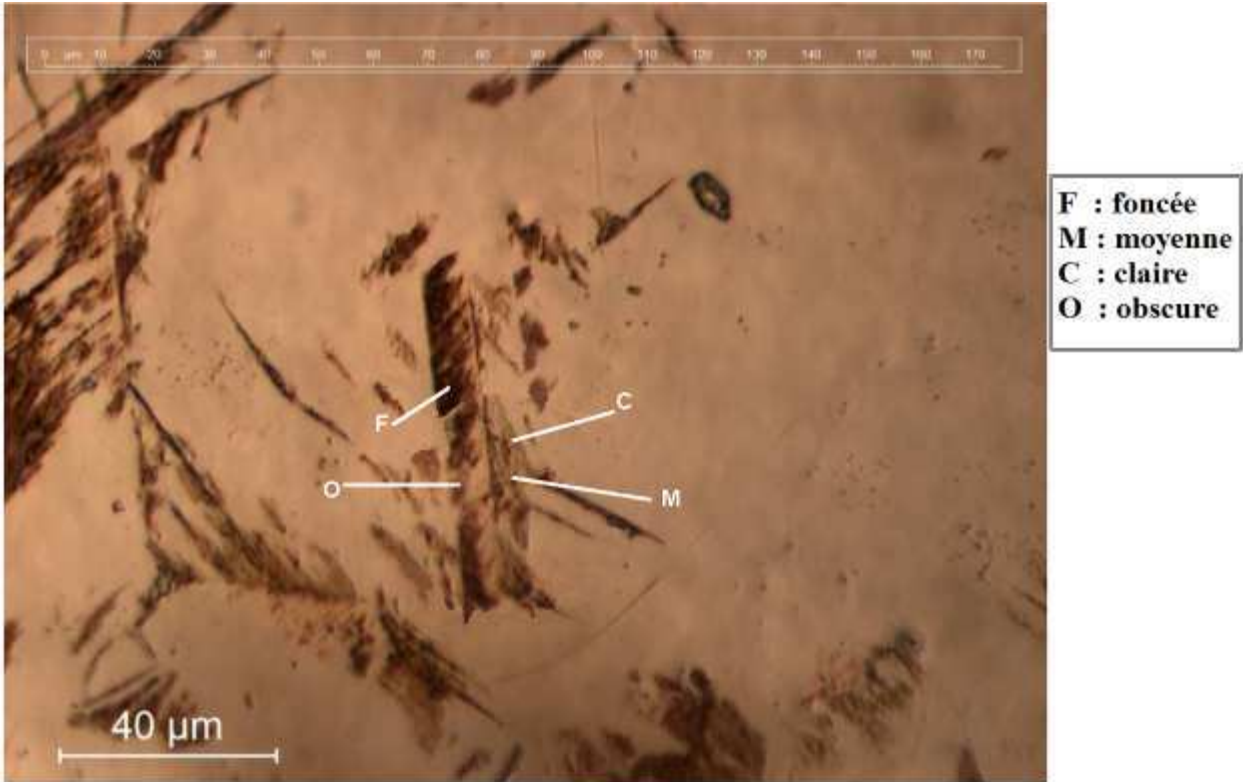
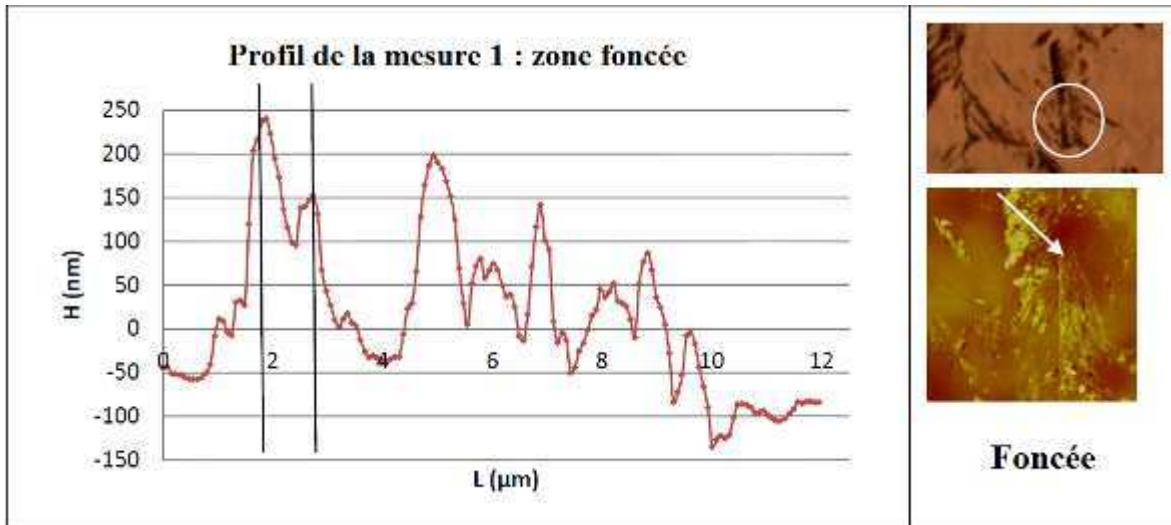
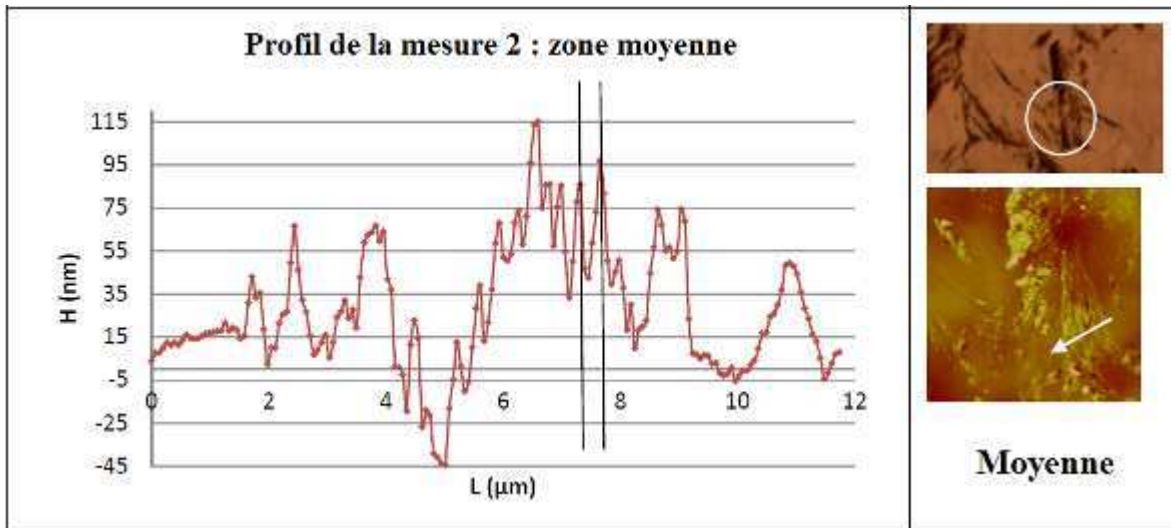


Figure V.1.16 Bandes de type III sur MO (a) et sur AFM (b) avec les profils de relief à différents endroits à $\Delta\sigma/2 = 50.2 \text{ MPa} - 2 \times 10^8 \text{ cycles}$

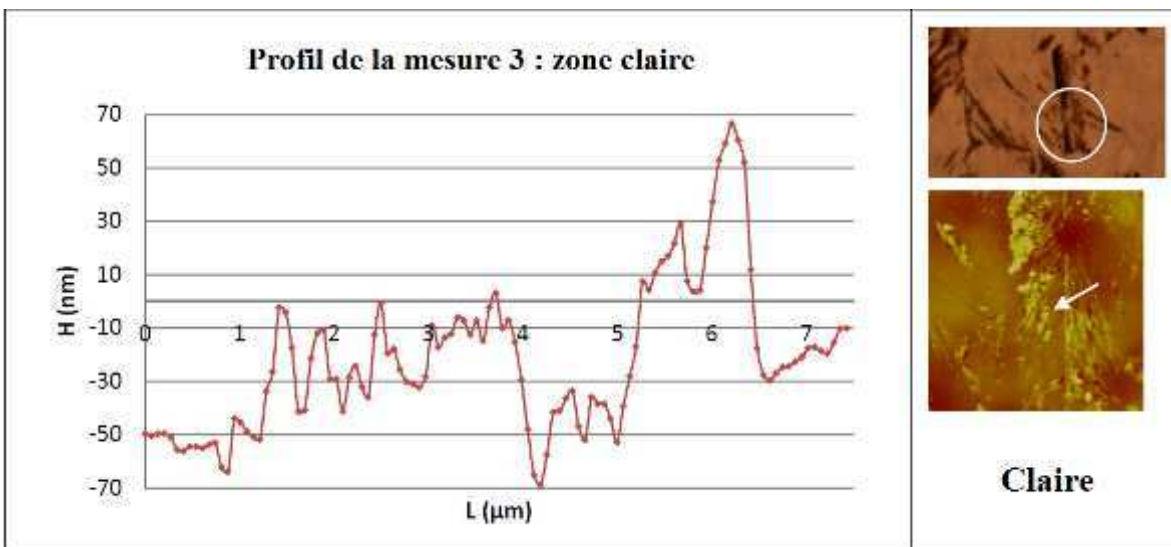
(a) Mesure 1 : zone foncée



(b) Mesure 2 : zone moyenne



(c) Mesure 3 : zone claire



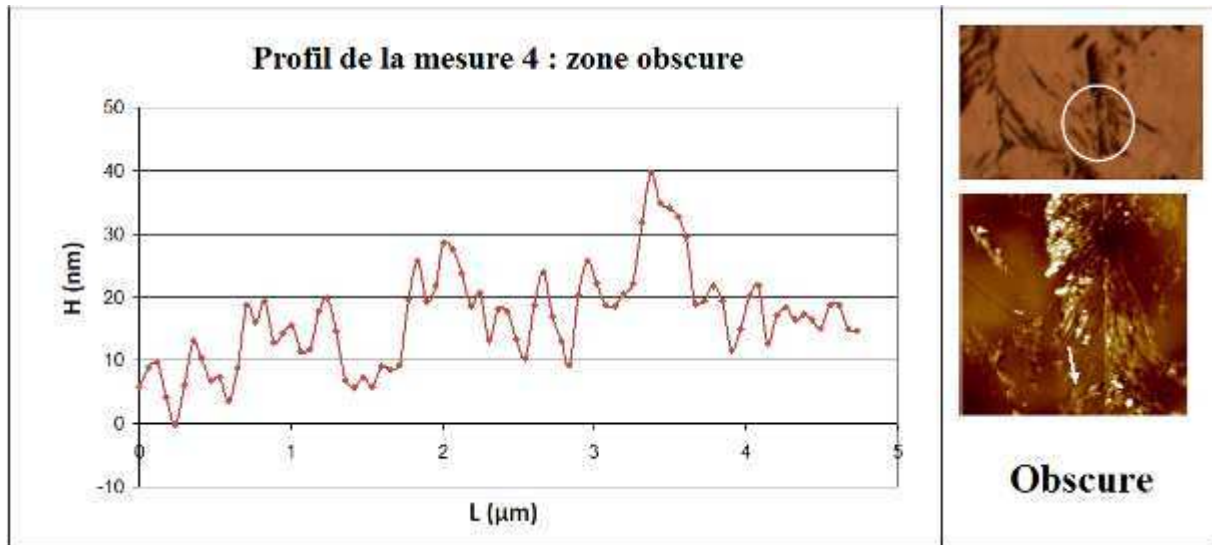
(d) Mesure 4 : zone obscure

Figure V.1.17 Profils des bandes de type III dans 4 zones de différents contrastes
Zone foncée (a) ; zone moyenne (b) ; zone claire (c) et zone obscure (d)

La première mesure a été réalisée sur une zone de couleur foncée. En observant le premier profil sur la figure V.1.17.a, on remarque des bandes de hauteur de l'ordre de 200 nm et d'autres de l'ordre de 70 nm. Les bandes sont relativement espacées de l'ordre de 0.80 μm .

La deuxième mesure a été réalisée sur une zone de couleur moyenne. Sur le second profil sur la figure V.1.17.b, les bandes sont plus denses que sur le profil précédent avec une distance inter-bande de l'ordre de 0.30 μm et des hauteurs de bandes variant de 20 nm à 65 nm.

La troisième mesure a été faite sur une zone de couleur claire, les bandes étaient plus fines et moins hautes que précédemment. Avec l'observation du troisième profil sur la figure V.1.17.c, nous voyons que la hauteur des bandes mesurées est entre 20 nm et 55 nm. La majorité de bandes est très fine et possède une hauteur faible de l'ordre de 20 nm. Lorsque l'on approche du joint de grain, la hauteur des bandes est plus élevée. Les bandes de hauteur importante de 95 nm sont observées à proximité du joint de grain.

La quatrième mesure a été faite sur une zone obscure. Le profil de la mesure est présenté sur la figure V.1.17.d. La hauteur la plus faible mesurée est de 4 nm et la hauteur la plus élevée mesurée est de 20 nm. En conséquence, la hauteur moyenne du profil est de l'ordre de 10 nm et l'espace inter-bande moyen est de l'ordre de 0.15 μm .

Les 4 mesures sur les bandes de type III prouvent que le relief des bandes est plus élevé pour les zones observées en MO de couleur plus foncée. Les mesures quantitative sur AFM montrent également que la hauteur des bandes de type III varie de 4 nm à 300 nm avec un espace inter-bande compris entre 0.1 μm et 0.5 μm . Les bandes de type III sont donc des amas des bandes fines et denses avec un relief beaucoup plus faible que celui des bandes de type I et II.

Conclusion

Dans ce paragraphe, nous avons présenté les trois types de bandes de glissement que nous avons observés sur la surface des éprouvettes en cuivre pur polycristallin sollicitées en fatigue avec une machine ultrasonique. En résumé, on peut distinguer les :

Bandes de type I : elles sont longues et droites, parallèles, espacées les une des autres de quelques microns et traversent un grain.

Bandes de type II : elles sont longues et droites mais isolées et localisées le long des joints de grains/macles.

Bandes de type III : elles sont fines, de faibles hauteur et largeur et sont rassemblées en amas.

Après avoir donné les grandes caractéristiques des différents types de bande, nous allons, dans les paragraphes suivants, donner des caractéristiques générales pour tous les types de bandes puis nous décrirons plus en détail l'évolution de la morphologie des bandes en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de contrainte appliquée.

V.2. Constatations générales pour tous les types de bandes

Sur les éprouvettes plates, des premières bandes de glissement, quels que soient leur type, apparaissent au bord de l'éprouvette dans la zone de plus petite section. Ceci vient du fait que la contrainte normale dans le sens de sollicitation est légèrement plus élevée au bord que sur l'axe de l'éprouvette (1.1 fois plus élevée, chapitre III).

La figure V.2.1 présente le milieu de l'éprouvette à 48 MPa à différents nombres de cycles. A 10^8 cycles, aucune bande n'est observée sur la surface de l'éprouvette (a), à 1.3×10^8 cycles, les premières bandes sont observées au bord de l'éprouvette (b). Lorsqu'on augmente encore le nombre de cycles, des bandes plus proches de l'axe apparaissent comme montré sur la figure V.2.1 (c) à 1.7×10^8 cycles et la figure V.2.1 (d) après 2×10^8 cycles.

Dans la suite, les observations seront faites au centre de l'éprouvette pour éviter l'effet de la concentration de contrainte au bord de l'éprouvette.

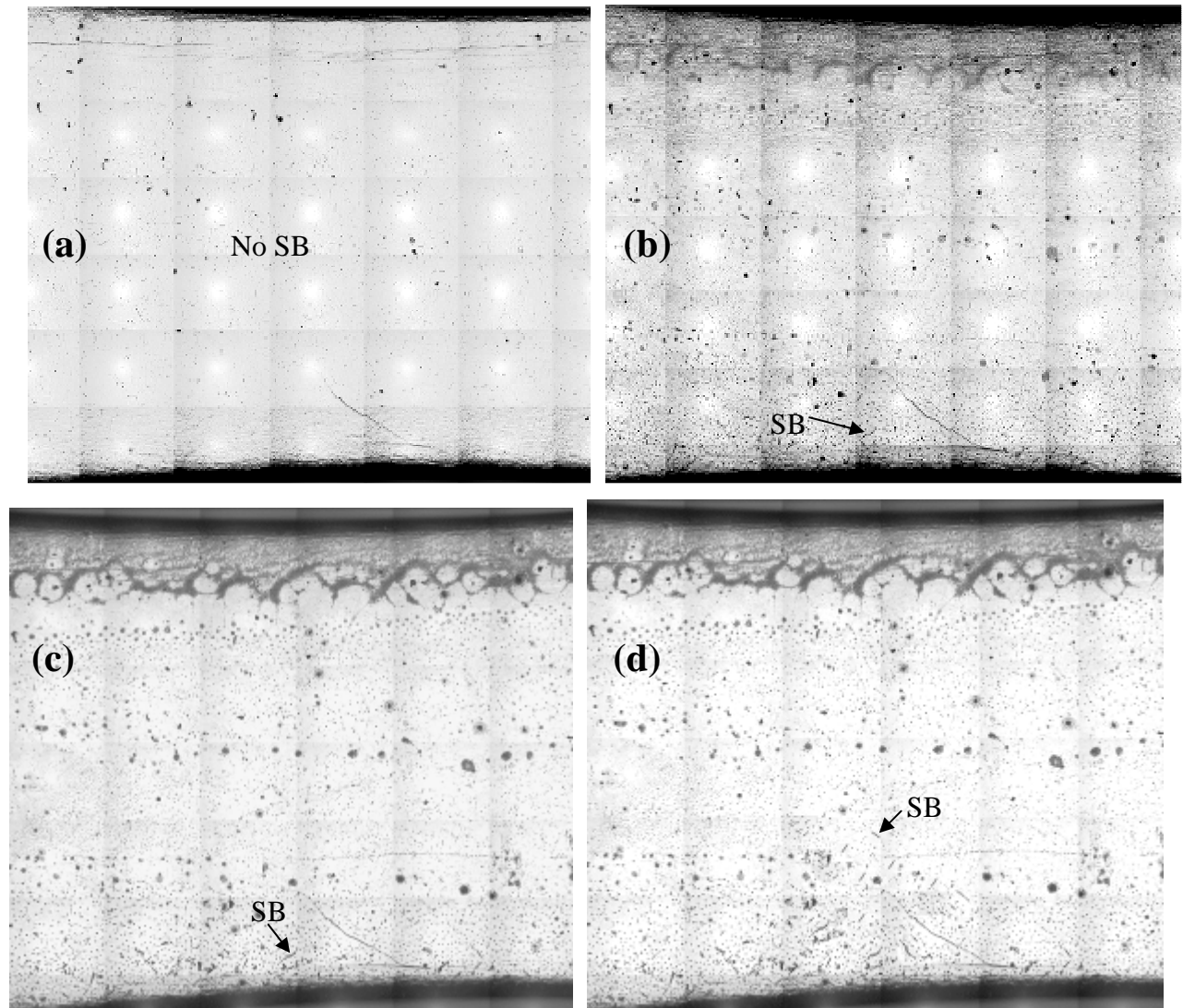


Figure V.2.1 Les premières bandes de glissement apparaissent au bord, avec l'augmentation de nombre de cycles, les bandes plus proches de l'axe de l'éprouvette sont observées.

à $\Delta\sigma/2 = 48 \text{ MPa}$ (a) 10^8 cycles ; (b) 1.3×10^8 cycles ; (c) 1.7×10^8 cycles et (d) 2×10^8 cycles

Une vue macroscopique de l'éprouvette prise sur MO montre que les bandes de glissement se concentrent dans la partie de plus faible section de l'éprouvette dans une zone de $\pm 1.5 \text{ mm}$ de longueur (Figure V.2.2). Cette observation correspond au profil de l'amplitude de contrainte le long de l'éprouvette, maximale au centre mais quasi-uniforme sur une longueur de $\pm 1.5 \text{ mm}$. Dans cette zone centrale, l'amplitude de contrainte vaut 97% de la valeur maximale.

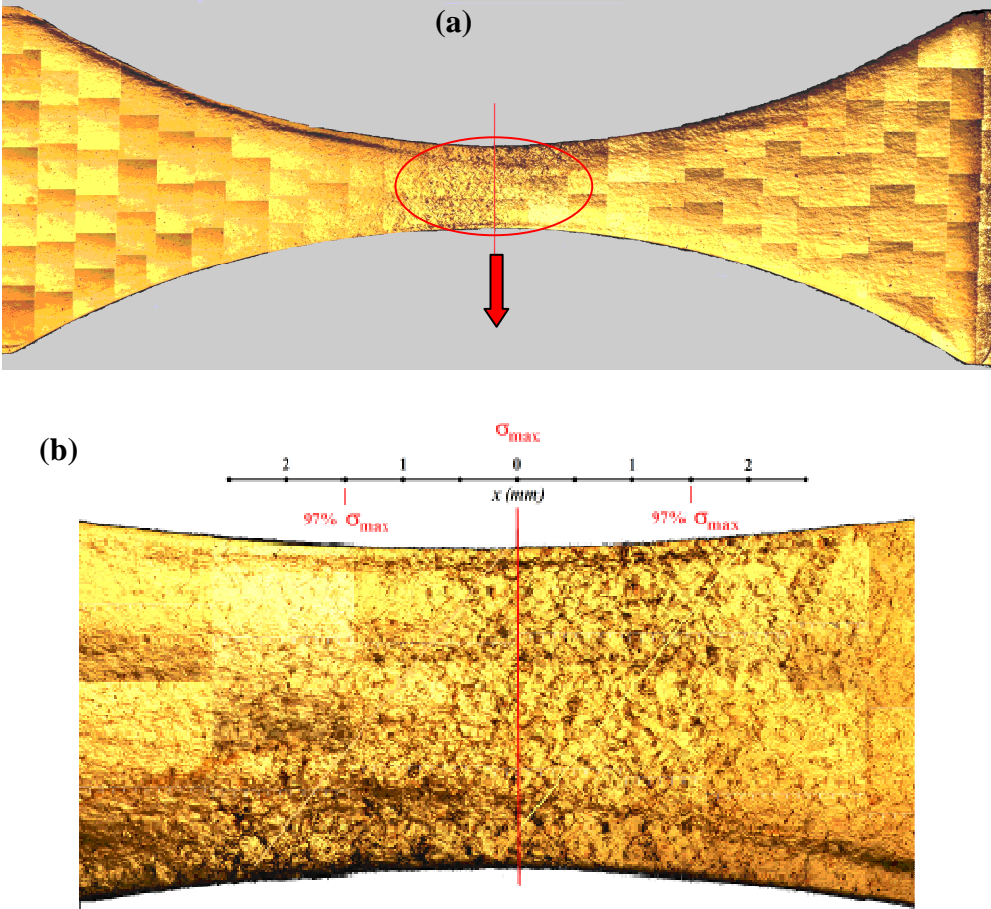


Figure V.2.2 Epreuve de fatigue avec des bandes de glissement (a) un zoom au milieu de l'épreuve (b)

Localement, les bandes sont orientées dans des directions proches de $\pm 45^\circ$ tout en suivant aussi les orientations des grains (Figure V.2.3).

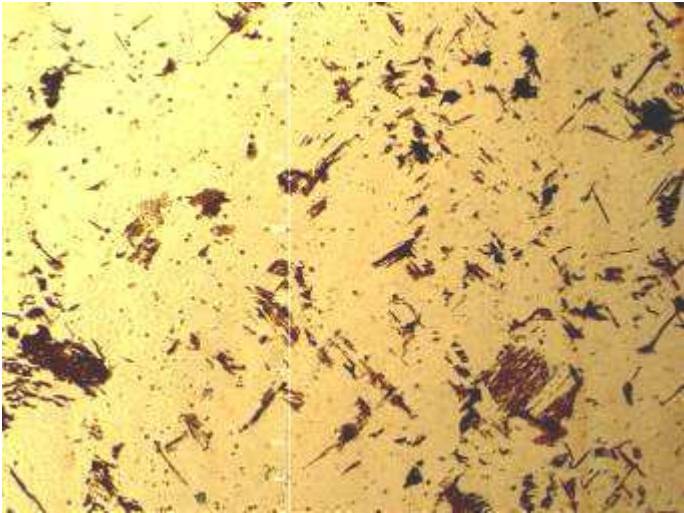


Figure V.2.3 Surface d'une épreuve présentant des bandes de glissement sur MO L'axe de sollicitation est horizontal.

L'influence de l'amplitude de contrainte sur les traces de glissement est étudiée. La figure V.2.4 présente des bandes de glissement observées au centre de 2 éprouvettes différentes sollicitées au même nombre de cycles de 10^8 cycles mais à différentes amplitudes de contrainte, une à 72.8 MPa (a) et l'autre à 56.4 MPa (b). A $\Delta\sigma/2 = 72.8$ MPa et 10^8 cycles, la zone observée est couverte de bandes de glissement. Alors qu'à $\Delta\sigma/2 = 56.4$ MPa 10^8 cycles, juste quelques bandes sont visibles. On constate donc une évolution drastique de l'activité plastique entre ces deux niveaux de contrainte. De manière générale et comme attendu, on peut dire que l'activité plastique est d'autant plus intense que l'amplitude de contrainte est élevée.

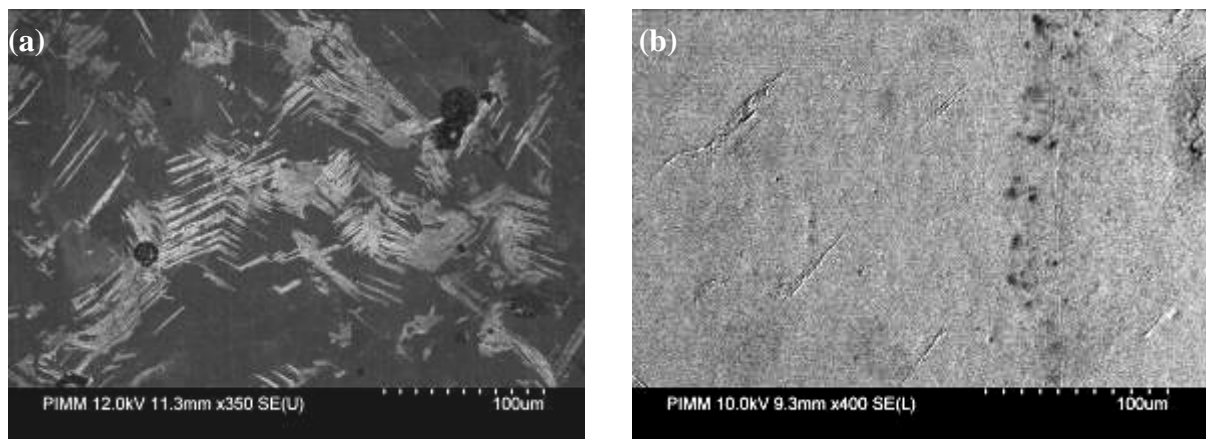


Figure. V.2.4: Les bandes de glissement à $\Delta\sigma/2 = 72.8$ MPa 10^8 cycles (a) et à $\Delta\sigma/2 = 56.4$ MPa 10^8 cycles (b)

Nous analysons maintenant l'effet du nombre de cycles à amplitude de contrainte constante. La figure V.2.5 présente une observation sur microscope optique d'une zone large de la surface d'une éprouvette à $\Delta\sigma/2 = 48$ MPa après 1.3×10^8 cycles (a) et 2×10^8 cycles (b) située toujours au centre de l'éprouvette. Nous constatons que le nombre de bandes de glissement a augmenté et que les bandes sont plus marquées au cours du cyclage. La figure V.2.6 illustre l'évolution de la surface d'une éprouvette sollicitée à une amplitude de contrainte de 72.8 MPa. Les micrographies MEB (a), (b), (c), (d) sont capturées relativement à 10^7 cycles, 5×10^7 cycles, 10^8 cycles et 2×10^8 cycles. La croix est le repère qui marque le même point dans chaque image. Comme précédemment, on constate au cours du cyclage que (1) les bandes existantes sont plus marquées, (2) de nouvelles bandes apparaissent dans des grains déjà plastifiés et (3) de nouveaux grains plastifient. Ces évolutions sont très progressives avec le nombre de cycles. Les conclusions précédentes sont générales pour tous les types de bandes. Nous allons regarder maintenant de manière plus approfondie l'évolution des bandes de types I, II et III en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de contrainte.

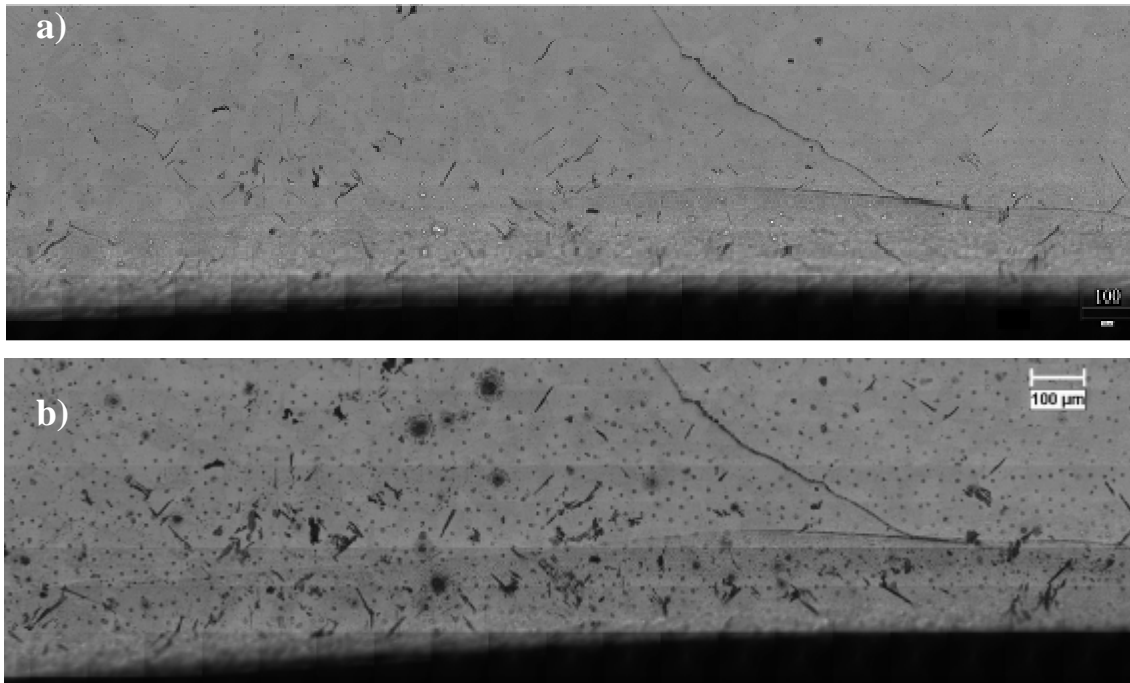


Figure. V.2.5: Le nombre de bande de glissement augmente avec le nombre de cycles
 Micrographies prises sur MO des éprouvettes sollicitées à 48 MPa
 (a) après 1.3×10^8 et (b) après 2×10^8

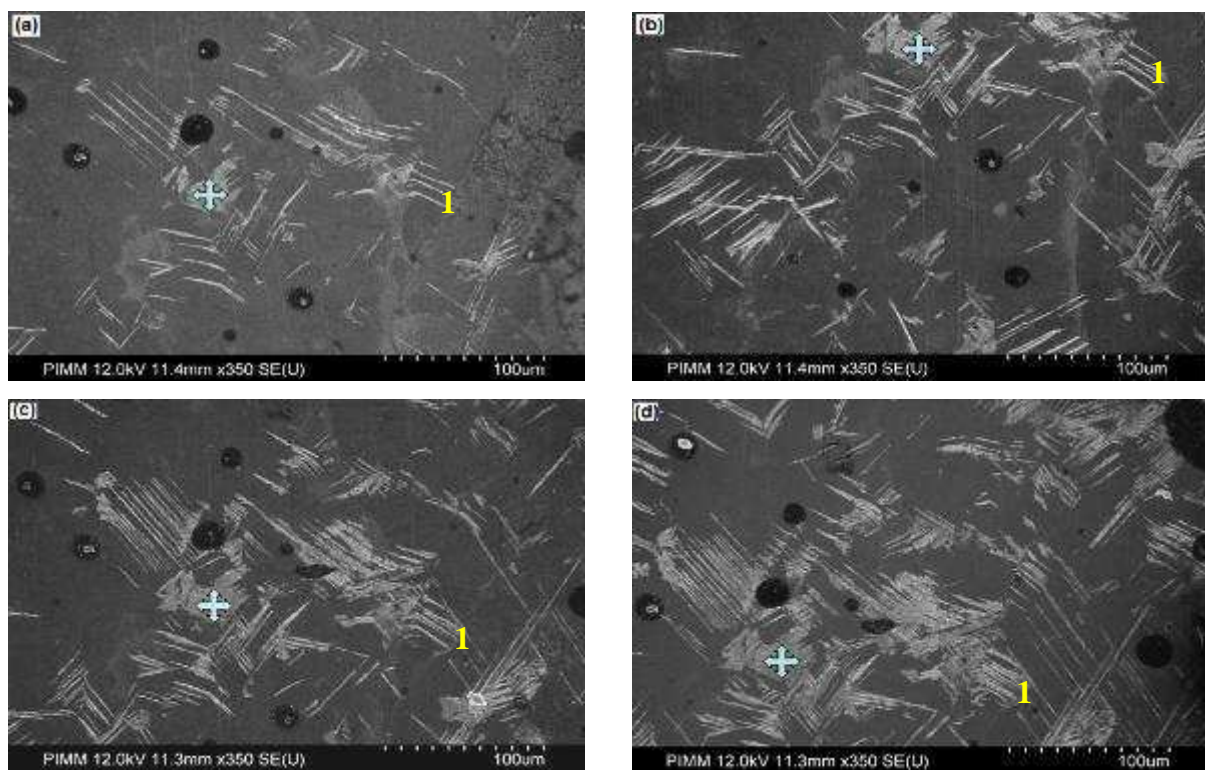


Figure. V.2.6: Evolution des bandes de glissement à $\Delta\sigma/2 = 72.8$ MPa après 10^7 (a) ; 5×10^7 (b) ; 10^8 (c) ; et 2×10^8 (La croix est le repère qui marque le même point dans chaque image)

V.3 Effet de l'amplitude de contrainte $\Delta\sigma/2$ et du nombre de cycles N sur l'évolution des bandes de glissement

V.3.1/ Evolution des bandes de glissement en fonction du nombre de cycles

L'effet du nombre de cycles est étudié pour chaque type de bandes de glissement

V.3.1.1 Bandes de glissement de type I

L'évolution des bandes de glissement de type I à l'amplitude de contrainte de 89 MPa est illustrée sur la figure V.3.1 à 5×10^5 en (a) et à 10^6 cycles en (b). Avec l'augmentation du nombre de cycles, la longueur et la largeur des bandes augmentent. Quelques nouvelles bandes se forment entre des bandes déjà présentes. Elles sont parallèles aux premières tout en restant bien séparées. La figure. V.3.2 présente l'évolution des bandes de type I obtenues à 75 MPa à 10^6 (a) et à 10^7 (b) cycles. On constate des évolutions similaires à celles décrites précédemment. De plus, une augmentation du relief des bandes est observée mais celle-ci reste limitée pour atteindre une hauteur moyenne de 400-500 nm comme indiqué dans le paragraphe V.1.

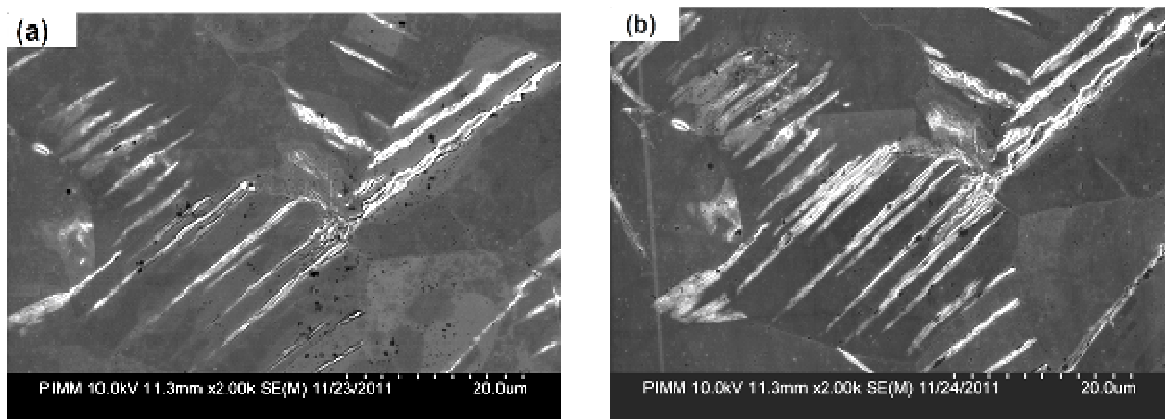


Figure. V.3.1 Bandes de glissement du type I à $\Delta\sigma/2 = 89$ MPa, (a) 5×10^5 cycles, et (b) les mêmes bandes à 10^6 cycles

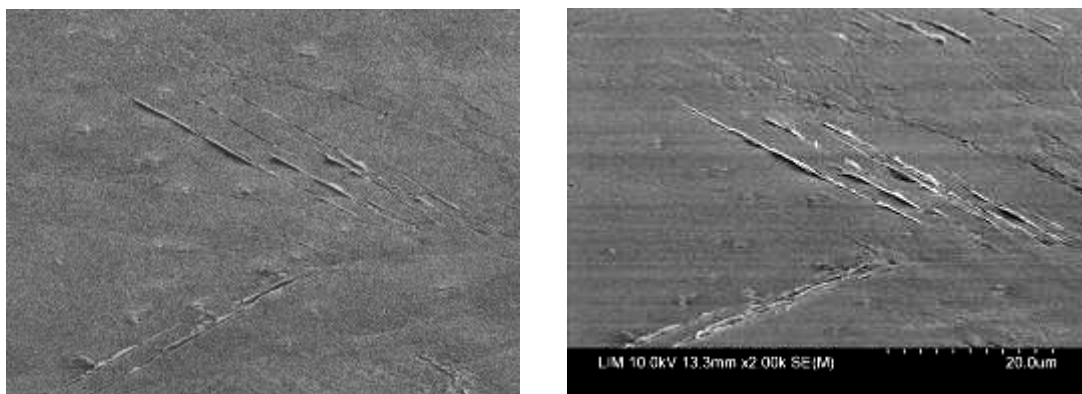


Figure. V.3.2 L'évolution des bandes de glissement à 75 MPa après 10^6 et 10^7 cycles

V.3.1.2 Bandes de glissement de type II

La figure V.3.3.a présente une bande de glissement de type II (longue, droite, isolée et le long d'un joint de grain/macle) à 54.7 MPa et 10^7 cycles. Son évolution à 10^8 cycles et à 2×10^8 est présentée sur les figures V.3.3.b et V.3.3.c, respectivement. On constate que la bande devient plus longue et plus épaisse. L'épaississement de la bande se fait par apparition de nouvelles bandes parallèles juxtaposées à la première et à gauche de celle-ci. Même jusqu'à 2×10^8 aucune nouvelle bande n'est observée à droite de la première bande. Cela montre que la bande s'est formée à partir d'un joint de grain mais dans un grain (à gauche du joint de grain dans le cas présent).

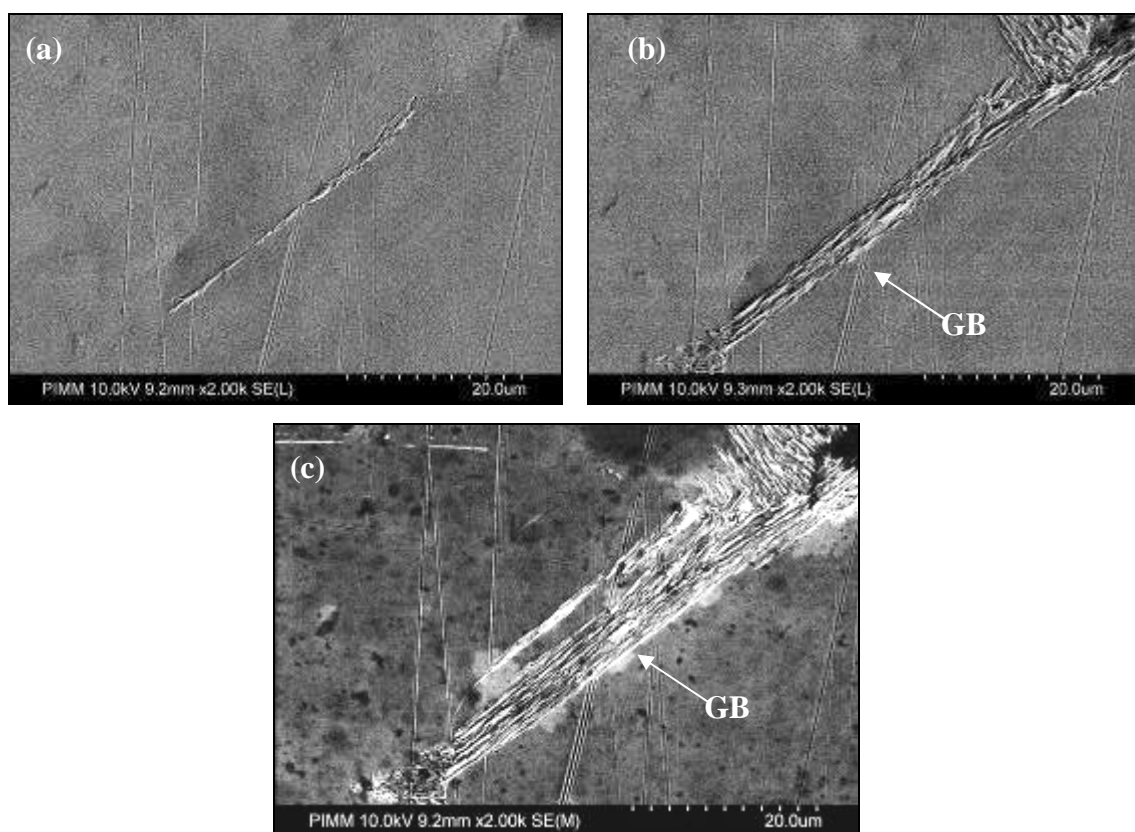


Figure V.3.3. Une des premières bandes de type II formées à 54.7 MPa et 10^7 cycles (a), la même bande à 10^8 cycles (b) et à 2×10^8 cycles (c)

L'élargissement de la bande est un phénomène lent puisqu'il prend 10^8 cycles et reste localisé à proximité du joint de grain où la bande initiale s'est formée. Observons une zone plus large sur la surface de la même éprouvette. L'évolution de cette zone à 10^7 cycles, 10^8 cycles et à 2×10^8 cycles est présentée sur la figure V.3.4. (a) ; (c) et (e). L'évolution d'une bande de type II observée dans cette zone est aussi présentée en parallèle (Figure V.3.4.(b), (d) et (f) respectivement). A 10^7 cycles, il n'y a que 2 bandes de glissement (notons que bien que la

micrographie de la figure V.3.4 (a) est à un grossissement supérieur à celui des figures V.4.4 (b) et (c), nous avons bien vérifié la présence uniquement de deux bandes dans cette zone). La figure V.3.4.b montre que la bande étudiée dans cette zone est une bande de type II. Jusqu'à 10^8 cycles, dans cette zone, nous observons des nouvelles bandes de type II formées autour de la première bande étudiée. Jusqu'à 2×10^8 cycles, plusieurs bandes de type I apparaissent. La zone observée se couvre de bandes de glissement de type I au cours du cyclage alors que les bandes de type II restent localisées le long de joint de grain.

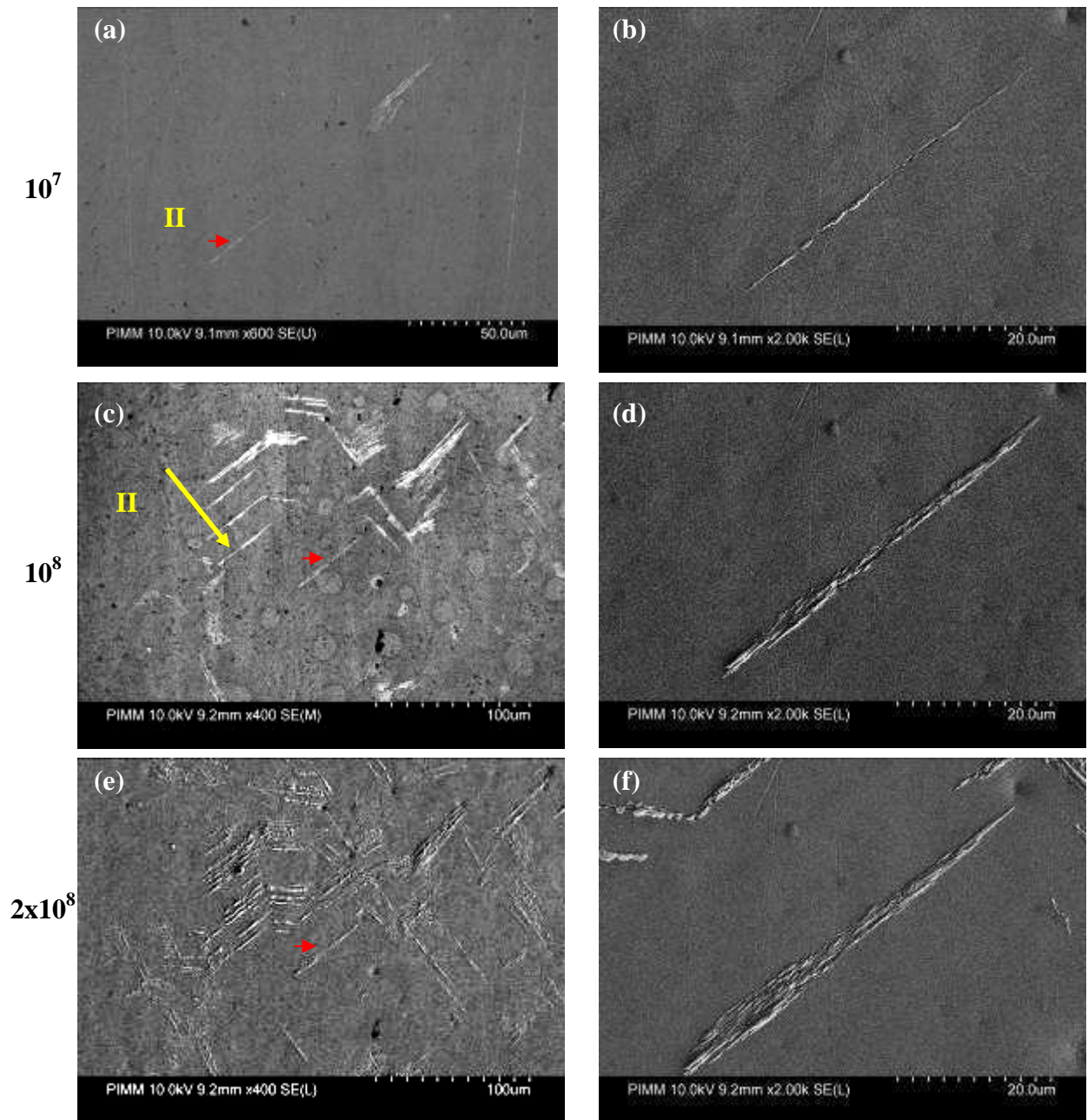


Figure V.3.4. Evolution d'une des premières bandes formées à 54.7 MPa (b) 10^7 cycles, (d) 10^8 cycles (f) 2×10^8 cycles et de la zone autour à (a) 10^7 cycles, (c) 10^8 cycles (e) 2×10^8 cycles

Au cours des cycles, la hauteur des bandes de type II augmente également. De manière générale, nous avons constaté que quand les bandes de type II et de type I sont présentes dans la même zone, le relief de la bande de type II peut-être plus haut que celui de la bande de type I. La figure V.3.5 présente des images sur MEB des zones où il y a à la fois des bandes de type I et des bandes de type II. Visuellement, nous constatons que les bandes de type II sont plus larges et plus hautes que les bandes de type I. Ensuite, des mesures quantitatives sur AFM confirment cette observation (Figure V.3.6). Dans la zone observée, des bandes de type I (profil 1) présentent un hauteur/profondeur de l'ordre de 150 à 200 nm et une largeur de l'ordre de 0.7 μm . Deux bandes de type II sont également observées. Leur hauteur est d'environ de 500 nm et leur largeur est supérieure à 2 μm .

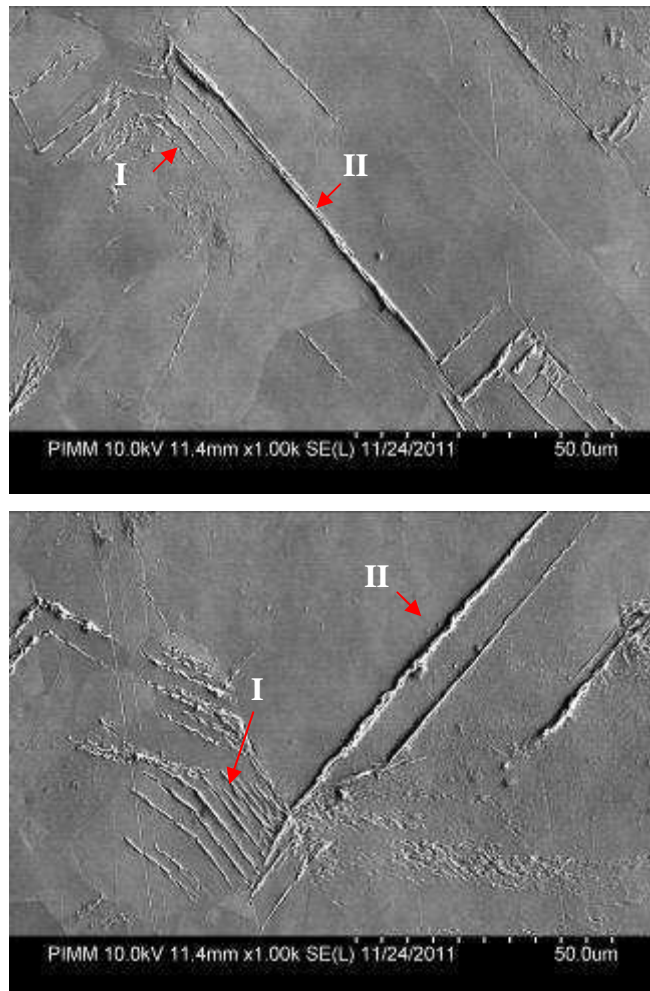


Figure V.3.5 Image MEB de zones avec des bandes de glissement du type I et type II
($\Delta\sigma/2 = 89 \text{ MPa} \cdot 1 \times 10^6 \text{ cycles}$)

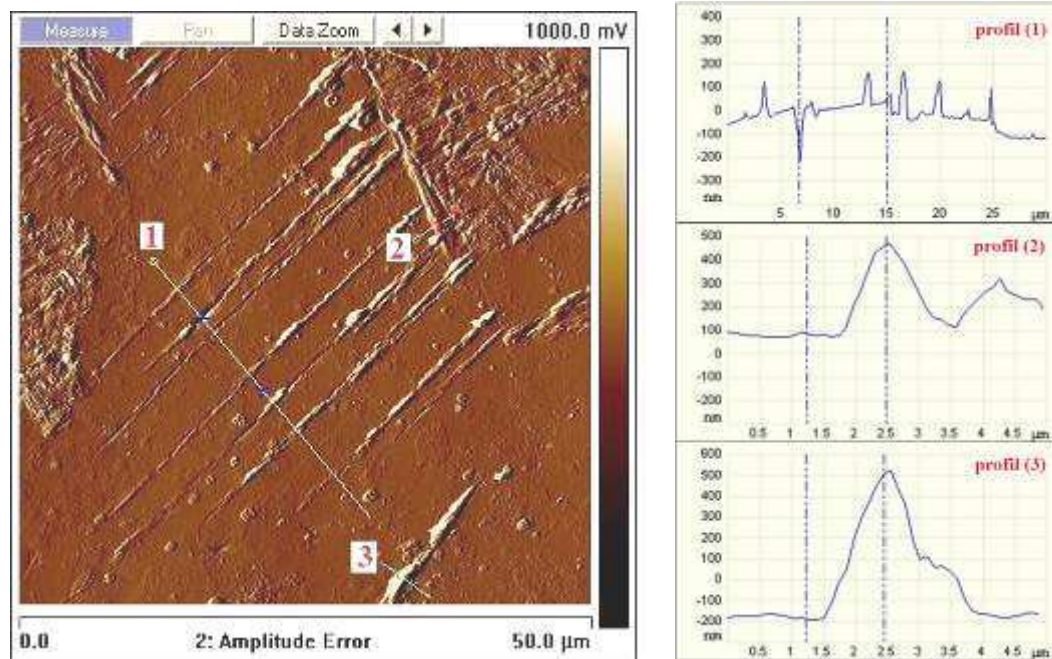


Figure V.3.6 Image MEB des zones avec des bandes de glissement du type I et type II
 $(\Delta\sigma/2 = 89 \text{ MPa} - 1 \times 10^6 \text{ cycles})$

V.3.1.3 Bandes de glissement de type III

Un exemple de premier stade de la formation d'une bande de glissement de type III à 48.6 MPa, 2×10^8 cycles est présenté sur la figure V.3.7.a. Au début, on observe des bandes fines au niveau du joint de grain. A 10^9 cycles (Figure V.3.7.b), la zone plastifiée s'est élargie dans le grain à droite du joint par la création de nouvelles bandes fines. On voit également apparaître de nouvelles bandes dans le grain à gauche du joint mais qui ne sont pas parallèles aux premières bandes.

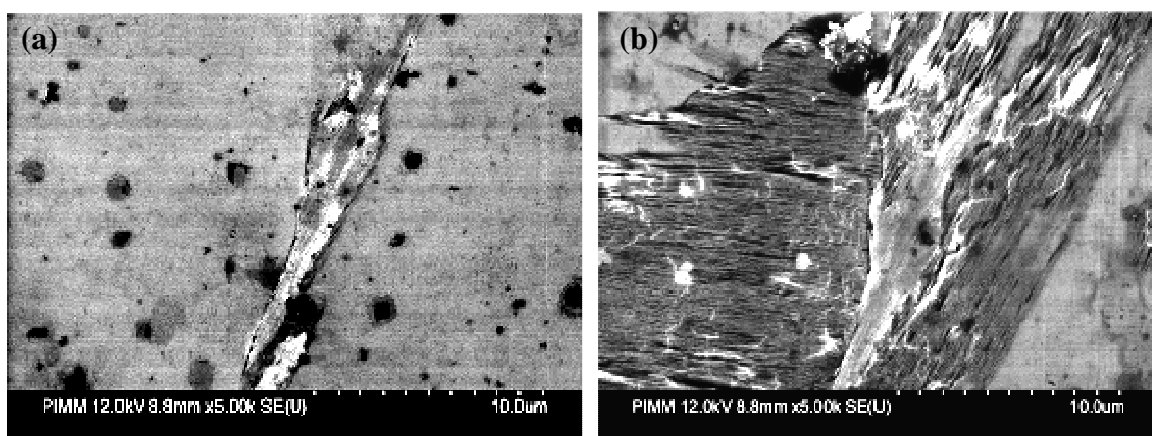


Figure V.3.7. Evolution d'une bande de glissement de type III
à 47 MPa - 2×10^8 cycles (a) et à 10^9 cycles (b)

V.3.2 Apparition des premières bandes et analyse de l'effet de l'amplitude de contrainte

Afin d'essayer de comprendre les conditions d'apparition des trois types de bande pour mieux appréhender ensuite leurs mécanismes de formation, nous avons effectué de nombreux essais de fatigue à différentes amplitudes de contrainte. Ces essais ont été interrompus régulièrement afin d'observer leur surface et de détecter l'apparition des premières bandes. Leur détection dépend bien sûr du moyen d'observation. Nous nous sommes limités à la MO et au MEB. Pour chaque amplitude de contrainte, nous avons alors relevé le nombre de cycles nécessaire pour faire apparaître les premières bandes à l'instar des travaux de Stanzl Tschegg et al (2007). La courbe de la contrainte en fonction du nombre de cycles pour former des premières bandes de glissement est présentée sur la figure V.3.8.

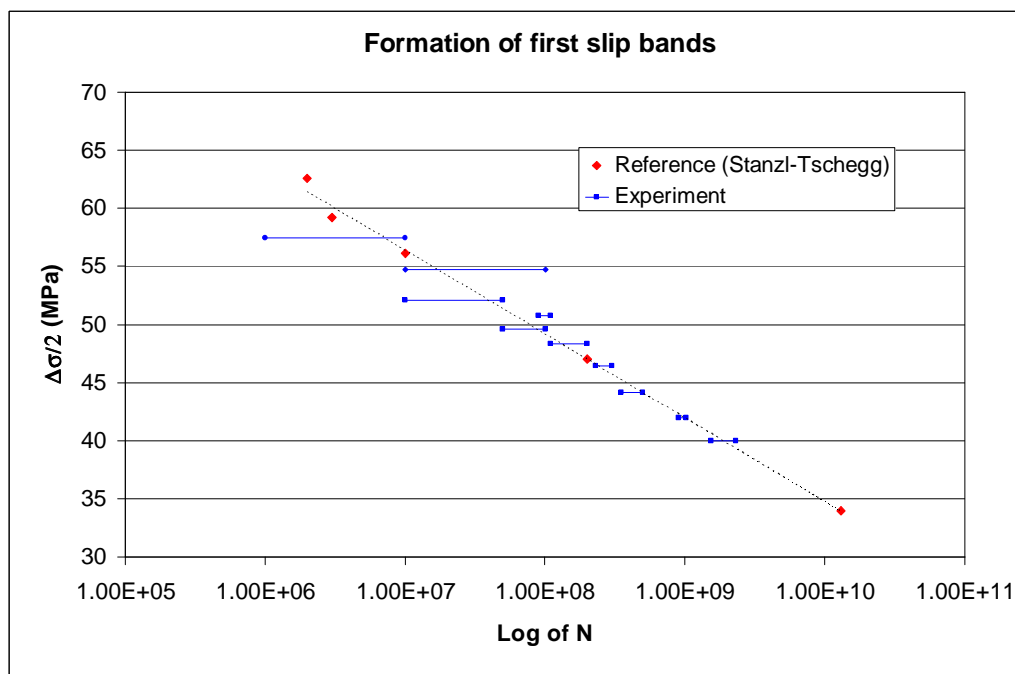


Figure. V.3.8 : Amplitude de contrainte en fonction du nombre de cycles pour former les premières bandes de glissement

On constate clairement que plus l'amplitude de contrainte est faible, plus le nombre de cycle nécessaire pour voir en surface les premières bandes est élevé. Les résultats sont en bon accord avec ceux de Stanzl Tschegg et al [2007]. L'amplitude de contrainte décroît linéairement avec le logarithme du nombre de cycles. Ainsi aucune asymptote n'a été trouvée. Cela ne signifie pas qu'il n'y a pas de seuil de contrainte associé à l'apparition de ces bandes mais si celui-ci existe, sa valeur est très faible. Sa caractérisation nécessiterait de faire des essais à des nombres de cycles supérieurs à 10^{10} cycles, soit d'une durée supérieure à 6 jours.

De manière très intéressante, on constate que le type des premières bandes observées dépend de l'amplitude de contrainte. Aux amplitudes de contrainte supérieures à 80 MPa, la majorité des bandes de glissement observée à 10⁶ cycles sont des bandes de type I. Seulement quelques bandes de type II sont observées et les bandes de type III sont rarement observées. La figure V.3.9 montre les bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette à 90 MPa 5x10⁵ cycles. La majorité des bandes observées sont des bandes de type I. Quelques bandes de type II sont observées.

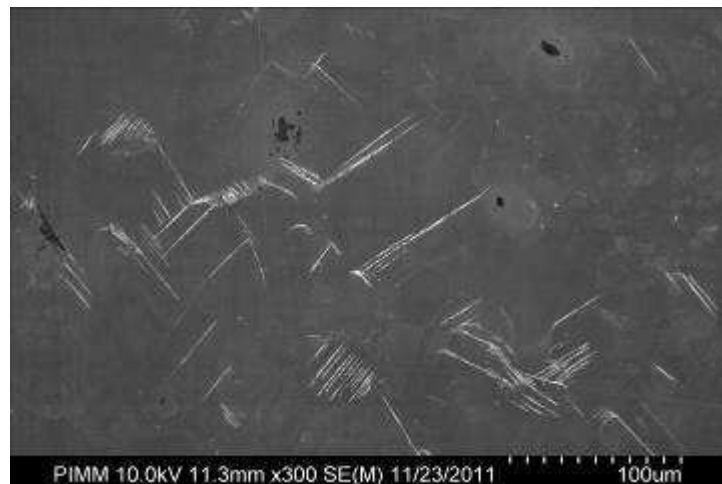


Figure V.3.9 Bandes de glissement à 90 MPa - 5x10⁵ cycles

Avec la diminution de l'amplitude de contrainte, la proportion du nombre de bandes de type I sur le nombre de bande de type II diminue. Jusqu'à environ 65 MPa et 10⁶ cycles, quasiment toutes les premières bandes de glissement observées sur la surface de l'éprouvette sont des bandes de type II (Figure V.3.10).

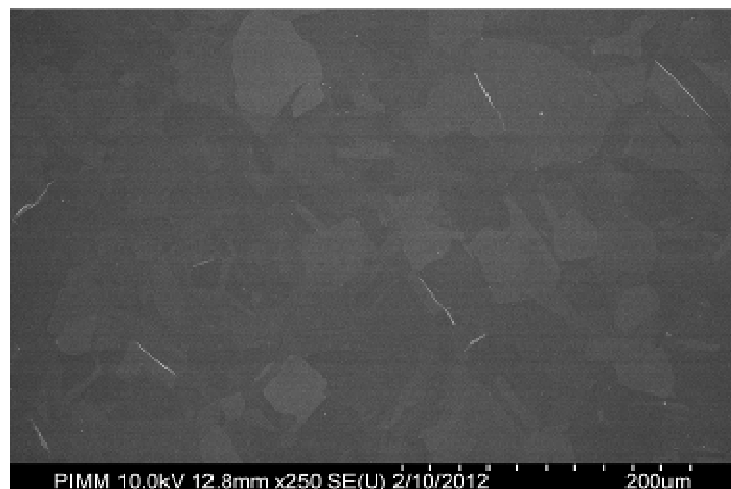


Figure V.3.10 Bandes de glissement à 65 MPa - 10⁶ cycles

Le lien entre l'amplitude de contrainte et la formation des bandes de type I et II a déjà été observé en fatigue conventionnelle (à faible fréquence de sollicitation). Polak et al [Polak 94 a] ont observé qu'à une amplitude de déformation plastique de $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 3 \times 10^{-5}$, supérieure au seuil de fatigue conventionnelle de $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 2.5 \times 10^{-5}$, les bandes formées sont des bandes, appelées de type I dans cette étude (Figure V.3.11). Alors qu'à une amplitude de déformation plastique faible de $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 1 \times 10^{-5}$, inférieure au seuil de fatigue conventionnelle de $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 2.5 \times 10^{-5}$, les bandes, appelées de type II dans cette étude, sont observées (Figure V.3.12). Les auteurs confirment aussi que ces bandes sont formées au joint de grain et sont isolées. Avec augmentation du nombre de cycles, aucune nouvelle bande n'est observée aux alentours de ces bandes et ces bandes isolées deviennent plus longues, plus larges et plus hautes également.

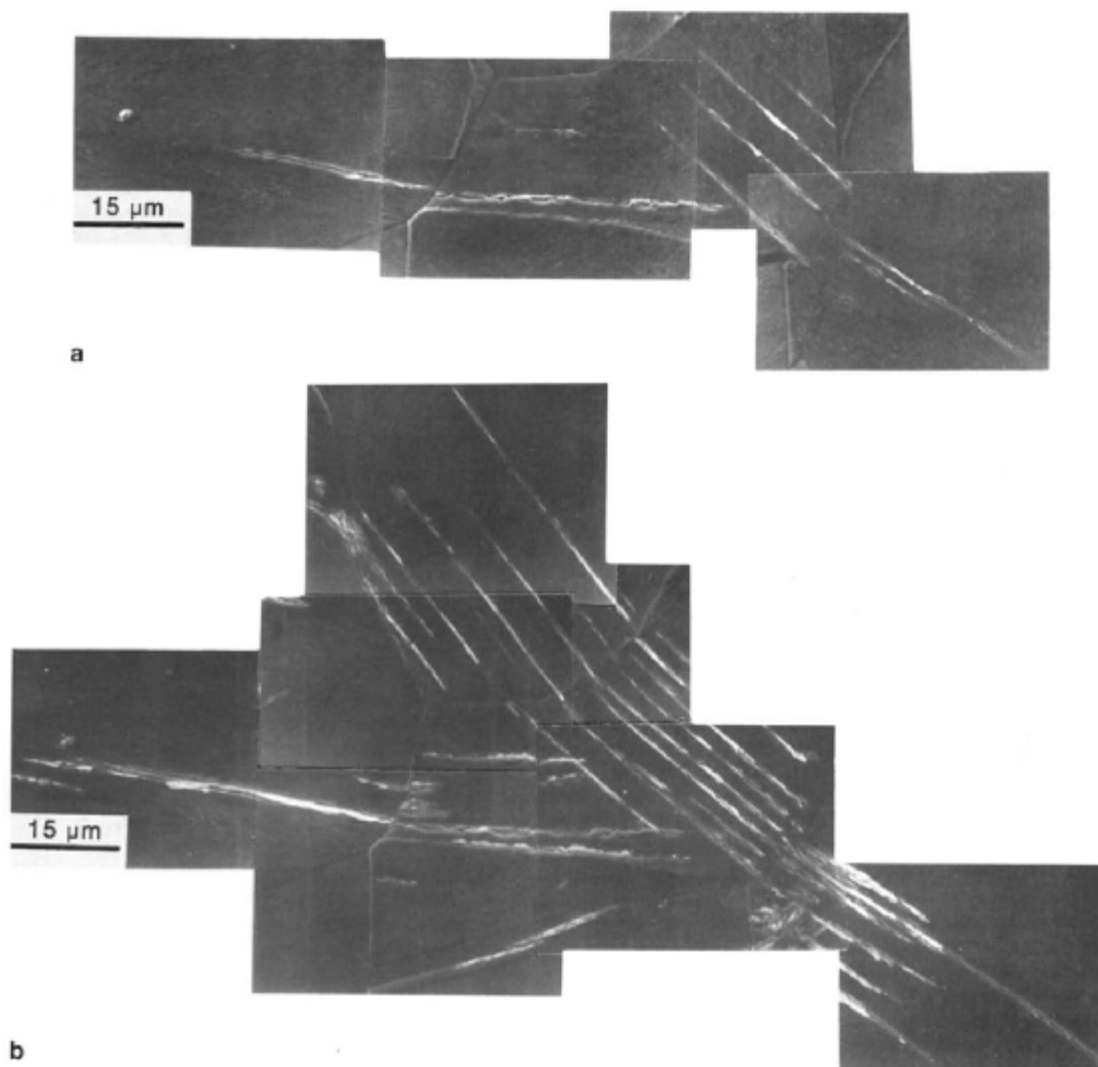


Figure V.3.11 Evolution des bandes de type I en fatigue conventionnel du cuivre polycristallin à une amplitude de $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 3 \times 10^{-5}$, supérieur que le seuil de fatigue conventionnel (a) 1.6×10^5 cycles et (b) 6.7×10^6 cycles [Polak 94 a]

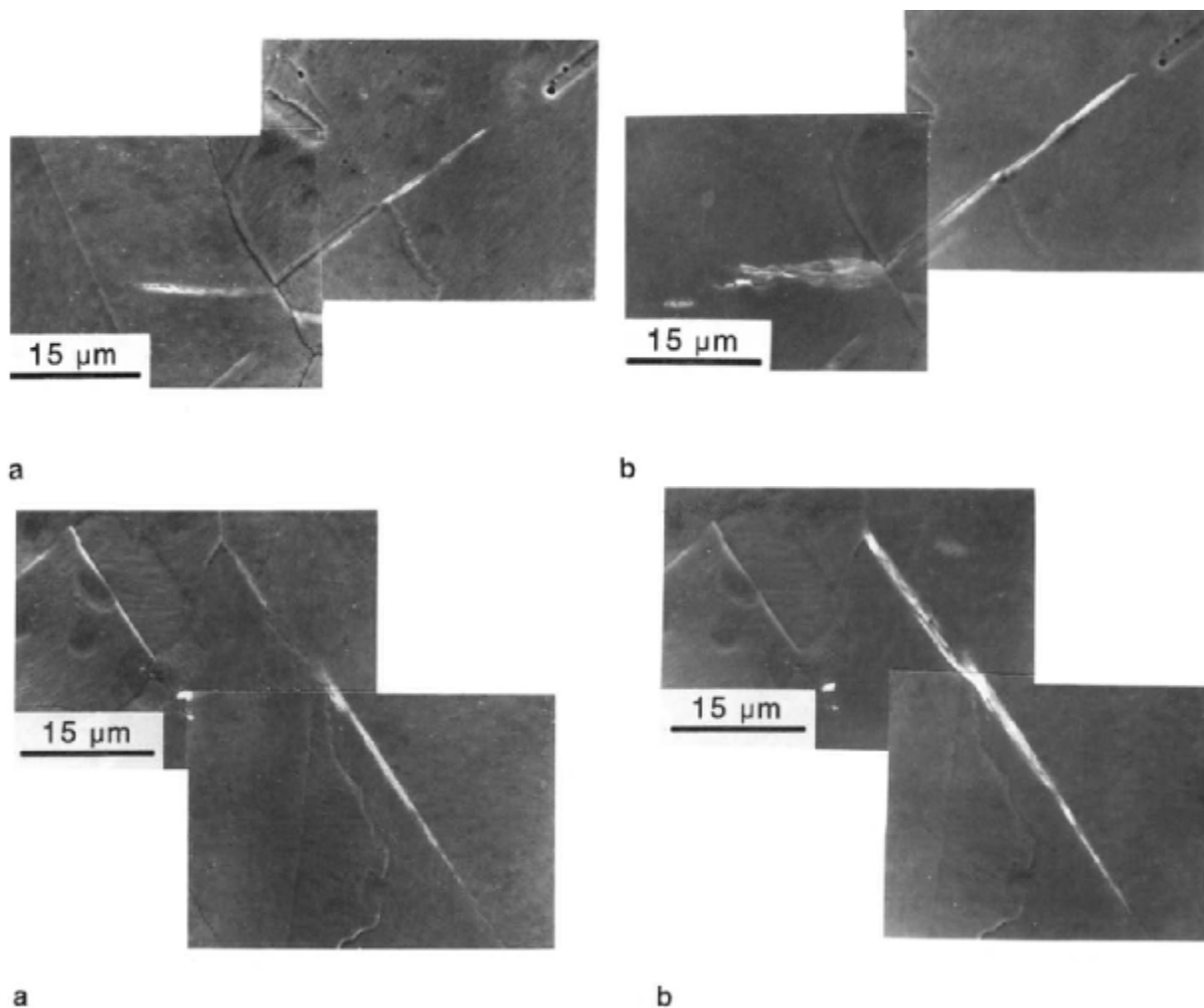


Figure V.3.12 Formation et évolution des bandes de type II en fatigue conventionnelle pour du cuivre polycristallin à une amplitude de $\Delta\varepsilon_{pl}/2 = 1 \times 10^{-5}$, inférieure que le seuil de fatigue conventionnel (a) 9×10^5 cycles et (b) 7×10^6 cycles [Polak 94 a]

Aux amplitudes de contrainte inférieures à 57 MPa, les bandes de type I ne sont plus observées. En diminuant l'amplitude de contrainte, la proportion du nombre de bande de type II sur le nombre de bande de type III diminue aussi. A 44.2 MPa 4.5×10^8 cycles, plusieurs traces de plasticité sont observées sur la surface de l'éprouvette. L'éprouvette possède donc une surface plastifiée importante mais toutes les traces observées sont des bandes de type III (Figure V.3.13).

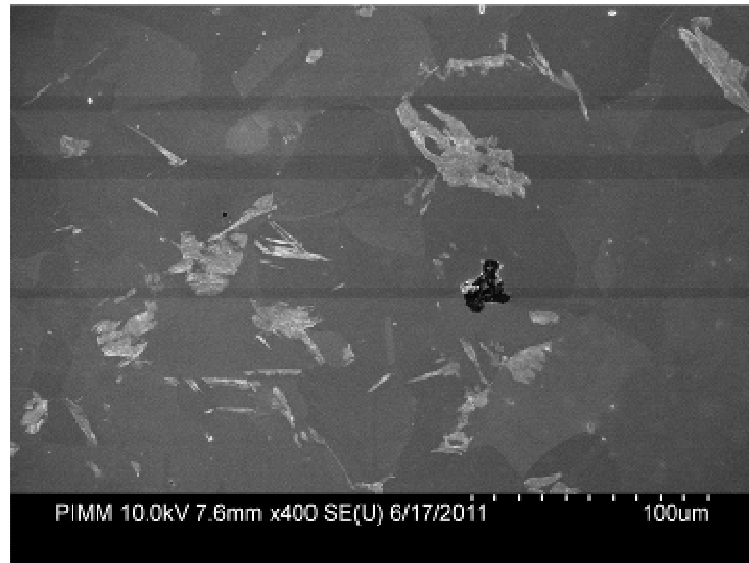


Figure V.3.13 Bandes de glissement à 44.2 MPa 4.5×10^8 cycles

La mesure du relief de la surface de l'éprouvette en cuivre pur sur AFM à une amplitude de contrainte faible de 47 MPa après un très grand nombre de cycles de 1.05×10^{10} cycles a été rapportée par Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 07] (Fig. V.3.14). Les bandes de glissement très fines de hauteur maximale de 14 nm ont été observées. Ces bandes sont similaires aux bandes de type III de cette étude.

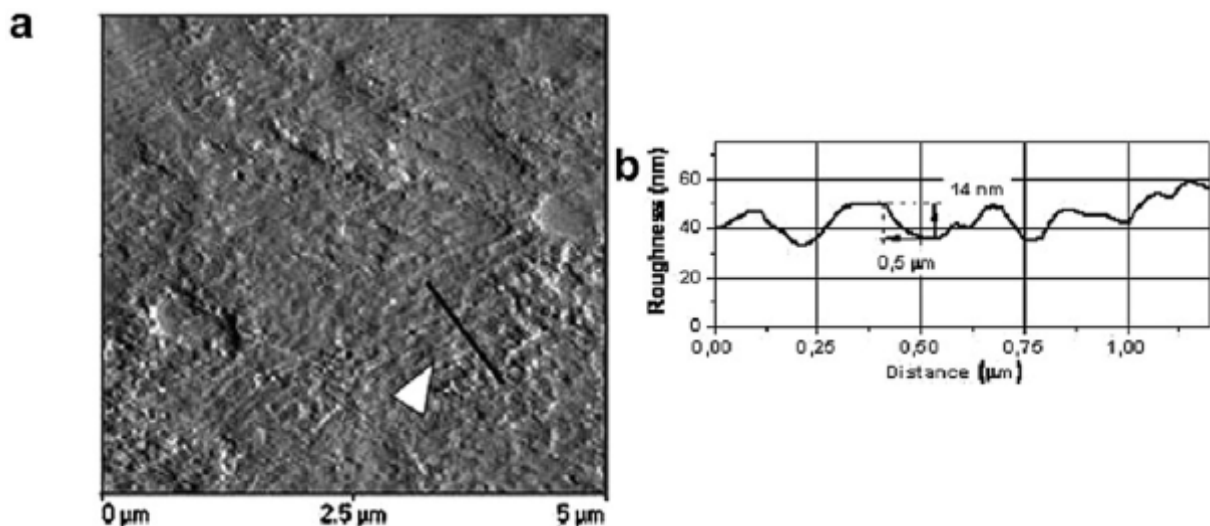


Figure V.3.14 Mesures par AFM du relief de la surface de l'éprouvette après sollicitation à $\Delta\sigma/2 = 47$ MPa 1.05×10^{10} cycles: (a) Image AFM

(b) Relief des bandes avec une hauteur maximale seulement de 14 nm. [Stanzl-Tschegg 07]

Les conditions d'apparition des 3 types de bandes de glissement pour les premières bandes de glissement sont présentées sur la figure V.3.15.

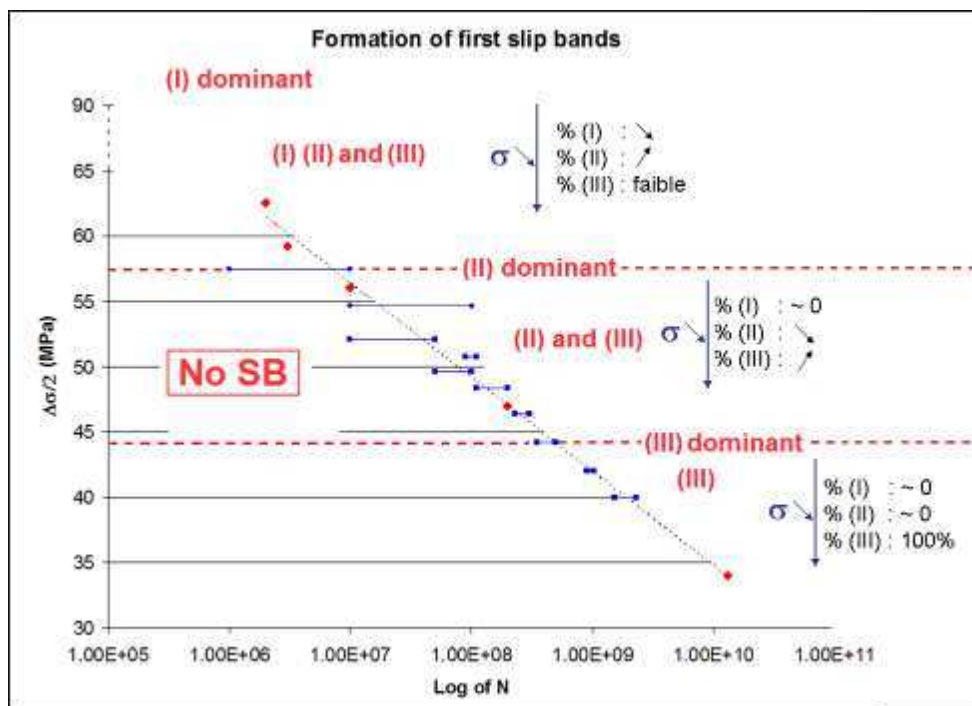


Figure V.3.15 Conditions d'apparition des 3 types de bandes de glissement pour les premières bandes de glissement

La courbe S-N et la courbe de formation des premières bandes de glissement du matériau est présenté dans la figure V.3.16. Jusqu'à 10^8 cycles, l'amplitude de contrainte pour atteindre la rupture est 2 fois plus grande que l'amplitude de contrainte pour former les premières bandes de glissement à la surface de l'éprouvette au même nombre de cycles.

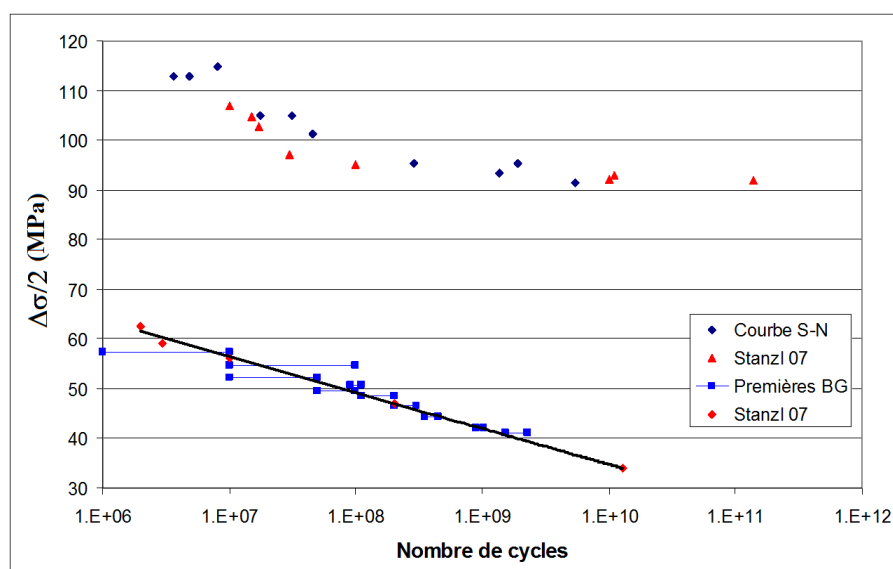


Figure V.3.16 Courbe S-N et courbe de formation des premières bandes de glissement

V.4 Discussion

V.4.1 Les bandes de type I

Les bandes de type I sont habituellement appelées bandes de glissement persistantes (PSB). Elles sont formées aux niveaux de déformation élevés et elles sont beaucoup étudiées et rapportées dans le régime LCF et HCF sur le cuivre monocristallin et ainsi que polycristallin [Mughrabi 88] ; [Yakovenko 83] ; [Polak 91] ; [Cottrell 57] ; [Huang 00] ; [Creteigny 01]. Par exemple, dans l'étude de L. Creteigny et al [Creteigny 01] sur la déformation en surface en fatigue du cuivre polycristallin aux amplitudes de déformation de $\Delta\epsilon/2 = 0.161\%$ à $\Delta\epsilon/2 = 0.255\%$ (correspondent à une vie de fatigue de 75900 à 6900 cycles), ils confirment que la plupart des bandes de glissement observées sur la surface de l'éprouvette sont des bandes de type I observées dans cette étude (Figure V.4.1). L'évolution des bandes de type I dans le régime LCF et HCF est aussi rapporté par Polak [Polak 94 a] (Figure V.4.2).

Dans cette étude, nous allons donc nous concentrer sur l'étude des caractéristiques et des mécanismes de formation des bandes de type II et type III, qui sont peu étudiés dans la littérature.

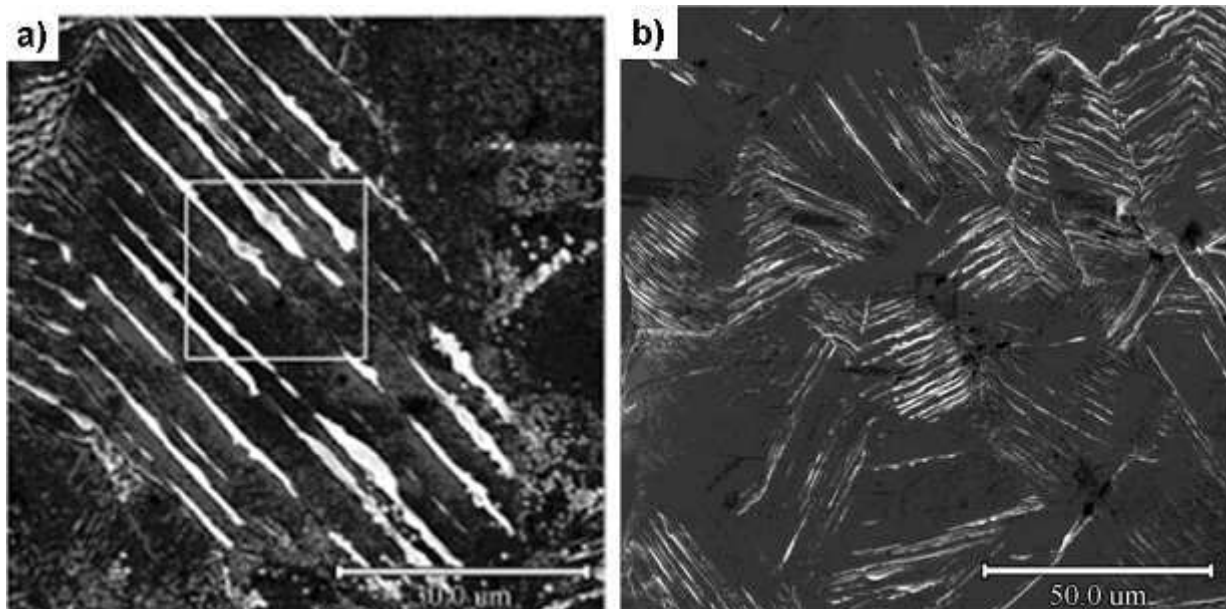


Figure V.4.1 Image MEB des PSB en fatigue pour du cuivre polycristallin

(a) à $\Delta\epsilon/2 = 0.161$ et (b) à $\Delta\epsilon/2 = 0.255$ [Creteigny 01]

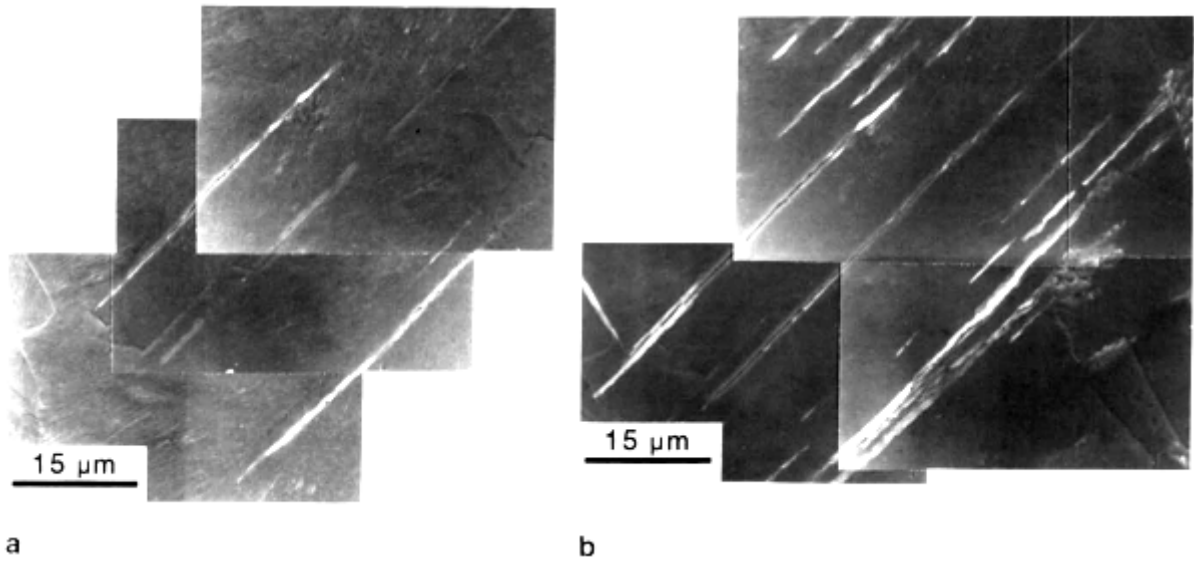


Figure V.4.2 Evolution des PSB en fatigue pour du cuivre polycristallin à $\Delta\varepsilon_p/2 = 3 \times 10^{-5}$ (a) 1.6×10^5 cycles et (b) 6.7×10^6 cycles [Polak 94 a]

V.4.2 Coexistence des bandes de types III, II et I

Aux nombres de cycles supérieurs à ceux nécessaires pour faire apparaître des premières bandes, on peut observer la coexistence des différents types de bandes. Les figures V.4.3 (a) et (b) montrent une bande de type II formée sur le joint de grain et dans le grain, des bandes de type III qui partent du joint de grain mais présentent une direction différente de celle du joint. Ce indique que les systèmes de glissement activés sont différents.

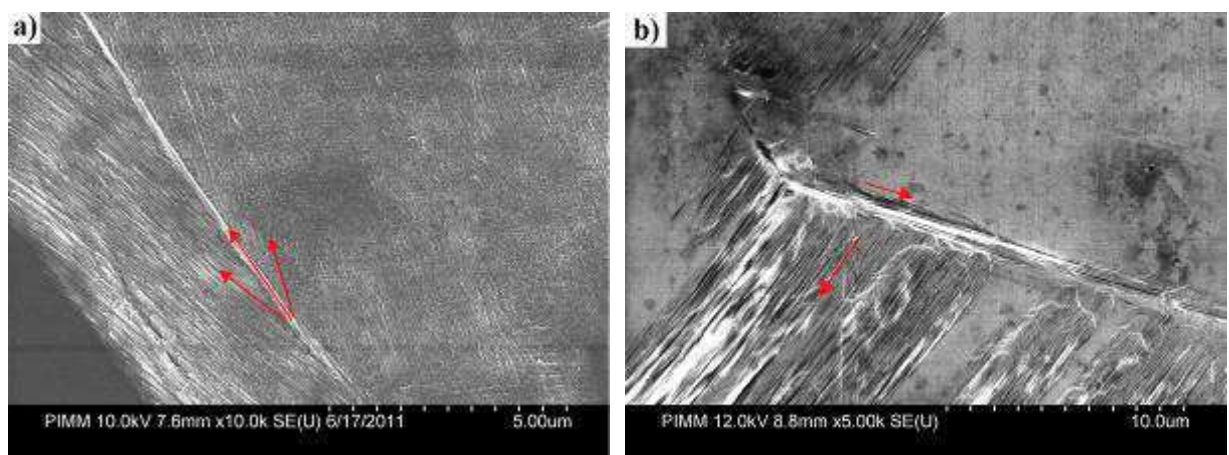


Figure V.4.3 Coexistence d'une bande de type II et de bandes de type III dans des directions différentes montrant que différents systèmes de glissement se sont activés au voisinage du joint de grain (44.2 MPa après 5×10^8 cycles)

Dans certains cas, les directions des bandes sont les mêmes. La figure V.4.4 montre des bandes de type III fines très droites parallèles à un joint de grain. Parmi ces bandes, on observe une bande plus intense sur le joint de grain. La longueur, la largeur et la hauteur de cette bande augmentent avec le nombre de cycles. La bande est également plus sinueuse que les bandes fines. La question de savoir si les bandes de type III se transforment progressivement en une bande unique de type II amenant ainsi une localisation très forte de la déformation se pose.

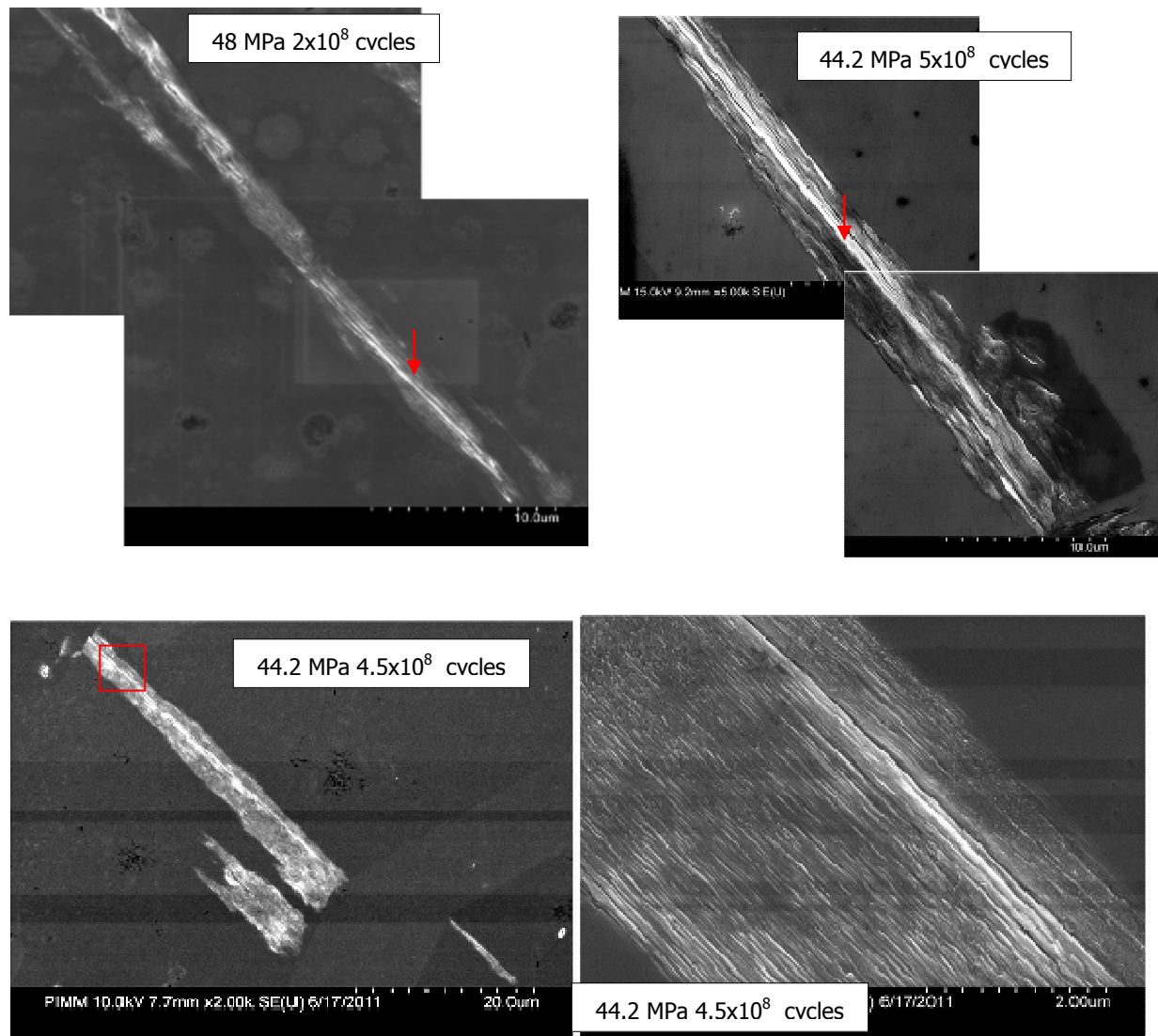


Figure V.4.4 Bandes de type III parallèles à un joint de grain
avec une bande de type II plus intense parmi elles

De la même manière, dans d'autres cas, nous observons que parmi des bandes de type III qui se propagent dans un grain, il y a quelques bandes plus intenses. Ces bandes sont parallèles aux bandes fines de type III mais elles sont plus larges (environ 500 nm de large) et plus hautes.

Elles sont également plus sinueuses (Fig. V.4.5 (a)). La figure V.4.5 (b) montre que la distance entre les bandes de plus forte intensité peut être supérieure à 5 μm . Ces bandes intenses sont donc très similaires aux bandes de type I. On constate à l'extrémité des bandes des traces légères dans une autre direction (en haut de la bande gauche de la figure V.4.5 (a)). Nous verrons plus tard que ces traces correspondent au glissement du système dévié. Là encore, la question de l'évolution des bandes de type III en bandes de type I se pose.

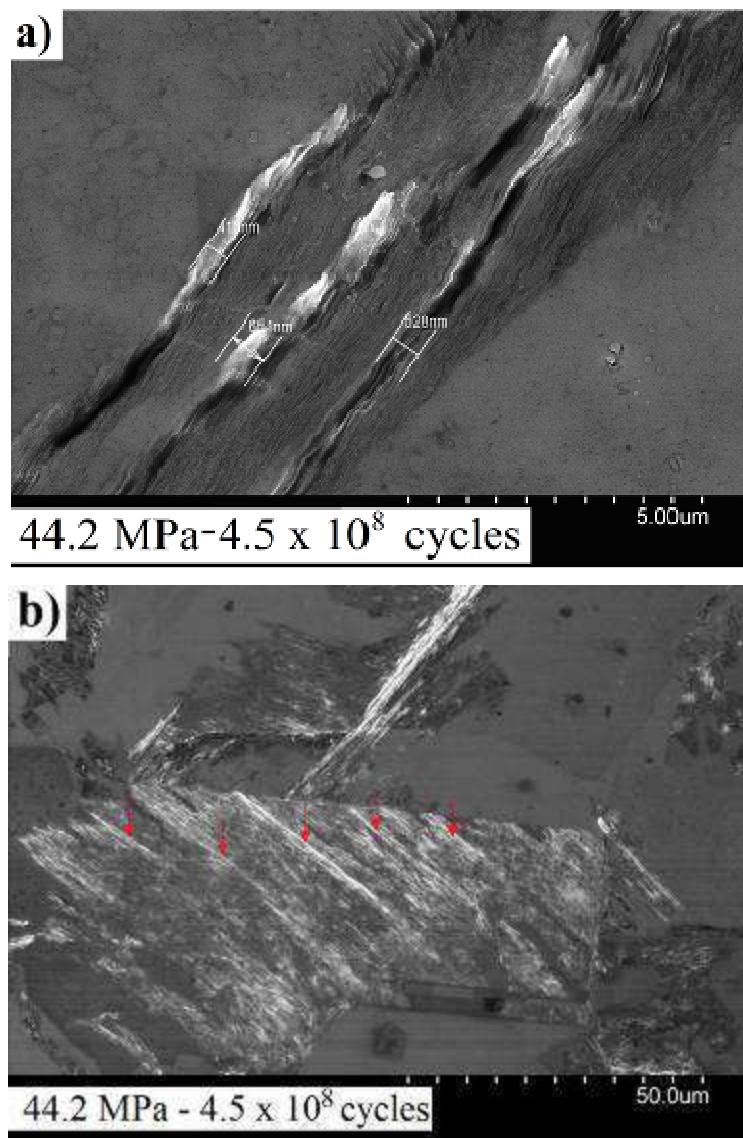


Figure V.4.5 Les bandes de type III peuvent-elles devenir des bandes de type I ?

V.5 Conclusions

La formation et l'évolution des bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette en fatigue dépendent non seulement de l'amplitude de contrainte mais aussi du nombre de cycles. Le nombre de cycles nécessaire pour former des premières bandes de glissement sera plus grand pour une amplitude de contrainte plus faible. L'évolution des bandes de glissement, leur longueur, leur largeur et leur hauteur ainsi que la formation de nouvelles bandes s'amplifient avec l'amplitude de contrainte et avec le nombre de cycles.

Trois types de bandes de glissement sur la surface d'éprouvettes de cuivre pur polycristallin sollicitées en fatigue ont été observés selon l'amplitude de contrainte. La morphologie, l'emplacement ainsi que la quantité des types de bandes de glissement peuvent être considérés comme des indices pour estimer le niveau de contrainte imposé.

Dans le chapitre suivant, nous cherchons à identifier des critères d'apparition de ces bandes à partir de la connaissance des champs mécaniques locaux pour mieux comprendre leur formation.

Chapitre VI

CRITERE DE PLASTICITE

DES BANDES DE TYPE II ET DE TYPE III

ESTIMATION DES CHAMPS MECANIQUES

LOCAUX PAR

SIMULATIONS ELEMENTS FINIS

VI.1. Introduction

Après un nombre de cycles suffisant, des traces de plasticité apparaissent sur la surface de l'éprouvette dans certains grains sous forme de bandes de glissement. Dans ce chapitre, nous recherchons un critère mécanique d'apparition des bandes de types II et III prenant en compte la nature polycristalline du matériau. Nous proposons également des scénarios pour expliquer la présence des différents types de bandes.

Les traces de glissement observées à la surface des polycristaux sont généralement interprétées en analysant la distribution des facteurs de Schmid, ce qui implicitement suppose la contrainte homogène dans le matériau. Dans les phases c.f.c., l'utilisation du facteur de Schmid pour prédire l'activation des systèmes de glissement donne de bons résultats pour des déformations plastiques supérieures à 10^{-4} [Blochwitz 96] ; [El Bartali 08]. Aux faibles déformations plastiques, des écarts entre les prédictions données par le facteur de Schmid et les observations expérimentales existent. Dans le cas d'un laiton alpha sollicité en compression, Hashimoto et Margolin [Hashimoto 83] ont constaté que sur les 118 systèmes primaires actifs (détectés par leurs traces), 30 seulement avaient le plus grand facteur de Schmid. Dans le cas d'aciers austénitiques, Man et al [Man 02] et Sauzay et Man [Sauzay 08] n'ont pas observé de trace de glissement pour des systèmes présentant pourtant un facteur de Schmid maximal. Ainsi, la fraction de grains plastifiés prédite par le facteur de Schmid « classique » est surestimée par rapport à la valeur estimée expérimentalement [Sauzay 07].

Ces écarts sont attribués à la présence d'hétérogénéités du champ de contrainte dès le régime élastique. Ces hétérogénéités sont liées à la nature anisotrope de l'élasticité de la maille cubique des grains. A l'aide de calculs par éléments finis sur des microstructures polycrystallines statistiquement représentatives, Sauzay [Sauzay 09] montre que dans le cas de métaux c.f.c présentant un comportement durcissant en fatigue tel que le cuivre, l'élasticité cristalline reste influente sur les hétérogénéités de contrainte jusqu'à des déformations plastiques de 10^{-3} . Au-delà, l'anisotropie plastique devient prédominante devant l'anisotropie élastique qui peut alors être négligée. L'élasticité cristalline induit une hétérogénéité du champ de contrainte de plusieurs types :

1. Une hétérogénéité inter-orientation (entre les grains d'orientation différente) de la contrainte moyenne par orientation cristalline qui est étroitement liée aux différentes valeurs du module d'Young dans la direction de sollicitation selon l'orientation [Sauzay 07]. Cette dépendance à l'orientation se retrouve évidemment lors de la sollicitation d'un monocristal.
2. Une hétérogénéité intra-orientation (entre les grains de même orientation) de la contrainte qui vient de l'effet « moyen » des grains voisins. Cette hétérogénéité est liée à la nature polycrystalline du matériau et n'existe pas dans un monocristal. Elle dépend faiblement de l'orientation considérée [Pommier 02] ; [Sauzay 07].
3. Une hétérogénéité intra-granulaire qui vient de l'effet de voisinage propre à chaque grain. Cet effet de voisinage dépend de la géométrie du grain, de l'orientation des grains voisins (désorientation avec le grain) mais aussi de l'orientation du joint de grain par rapport à la direction de sollicitation et de sa nature. Nous reviendrons sur ces deux aspects dans la suite du chapitre. Les hétérogénéités intra-orientation et intra-granulaire peuvent expliquer pourquoi des grains de même orientation présentent des structures de dislocations différentes [Winter 81].

L'hétérogénéité inter-orientation peut être décrite par des modèles de type « champs moyens » basés sur la solution du problème de l'inclusion d'Eshelby [Eshelby 57] ; [Kröner 58] ; [Hill 63]. Des comparaisons avec des calculs en champs complets en élasticité par éléments finis [Sauzay 07] ou FFT (Fast Fourier Transform) [Brenner 09] montrent un très bon accord entre les deux types d'approche. L'hétérogénéité intra-orientation peut également être prédite par des approches en champs moyens en calculant les moments d'ordre 2 [Brenner 09] car

comme précédemment indiqué, elle provient d'un effet de voisinage « moyen ». Là encore, les écart-types intra-orientation ont été comparés avec succès avec ceux calculés par des approches numériques en champs complets dans le cas de texture isotrope [Brenner 09] ; [Sauzay 09]. La prise en compte des hétérogénéités intra-orientation permet de prédire correctement un abaissement de la contrainte d'écoulement plastique comme attendu en présence de fluctuations de contrainte d'origine élastique. Néanmoins, la description statistique sur laquelle elles reposent est incomplète et ne prend pas en compte le voisinage direct des grains et en particulier la désorientation entre des grains adjacents et les joints de grains. Des études sur l'amorçage de fissures en fatigue ont montré le rôle clé de cette désorientation sur la fissuration intergranulaire dans les métaux c.f.c [Zhang 11] ; Pineau et Antolovich, [Pineau 01]. Dans notre étude, les observations des micrographies ont clairement montré la présence de bandes localisées le long des joints de grain séparant des grains de forte désorientation et des joints de macles (chapitre V). Afin d'accéder aux distributions du champ de contrainte dans ces zones, nous nous sommes tournés vers des approches numériques en champs complets permettant d'avoir une description « locale » de la microstructure. Celle-ci repose sur une représentation spatiale discrète construite en surface à partir d'images EBSD d'échantillons réels analysés dans cette étude. Le calcul des champs mécaniques locaux est effectué par la méthode des éléments finis via le logiciel ABAQUS en prenant en compte l'élasticité cristalline des grains. Dans ces calculs, nous n'avons considéré qu'un comportement élastique étant donné que nous nous intéressons à l'initiation de la plasticité. Dans la suite, les données nécessaires aux calculs et les critères d'activation des systèmes de glissement considérés sont présentés. Une première analyse est réalisée sur un bicristal pour voir l'effet de la désorientation entre deux grains adjacents et l'orientation du joint de grain par rapport à la direction de traction sur la distribution des contraintes. Ensuite, le cas des multicristaux issus de microstructures réelles est traité pour établir un critère d'apparition des bandes de type II puis des bandes de type III.

VI.2/ Définition de critères fondés sur la cristallographie

VI.2.1 L'orientation du cristal :

Grace à la technique EBSD, l'orientation des grains en surface de l'éprouvette dans la zone étudiée est capturée. L'orientation d'un cristal est connue par ses angles d'Euler (φ_1 , Φ , φ_2) par rapport au repère de référence de l'éprouvette. L'orientation d'un cristal dans le repère de référence de l'éprouvette est illustrée sur la figure VI.2.1. Le repère associé à l'éprouvette (Sp), (signifie « sample»), (E_1 , E_2 , E_3) est le repère global et le repère associé au cristal (C), (e_1 , e_2 , e_3) est le repère local.

Dans cette étude, E_2 est la direction du chargement uniaxial (et aussi la direction de laminage), E_3 est la normale de la surface de l'éprouvette.

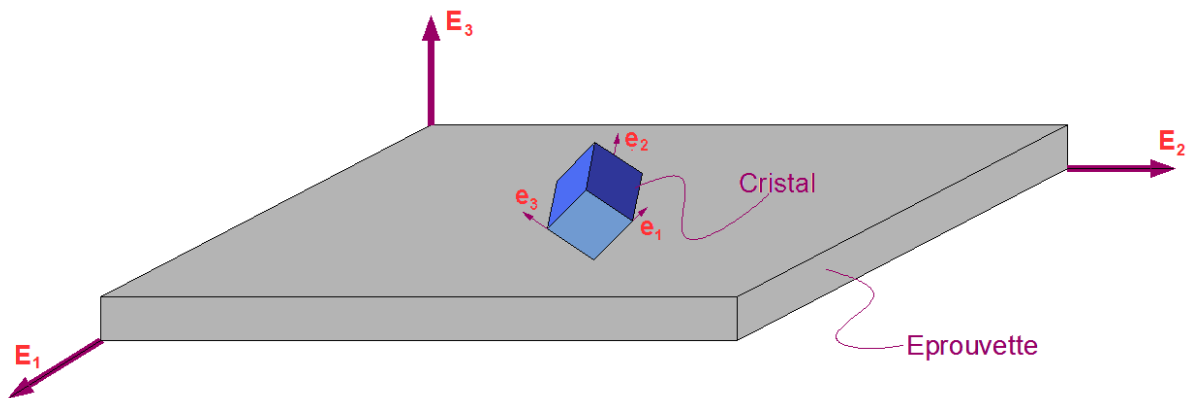


Figure VI.2.1 Représentation des repères associés à l'éprouvette (Sp=Sample) et au cristal

La connaissance de l'orientation de grain permet de transformer les coordonnées globales écrites dans le repère de l'éprouvette (E_1 , E_2 , E_3) en coordonnées locales écrites dans le repère du cristal (e_1 , e_2 , e_3) grâce à la matrice de passage, G . Elle est définie par l'équation (VI.1) et dépend des 3 angles d'Euler du cristal:

$$\overline{X}_{local} = G \cdot \overline{X}_{global} \quad (VI.1)$$

La matrice inverse de la matrice de passage, G^{-1} , transforme les coordonnées locales aux coordonnées globales :

$$\overline{X}_{global} = G^{-1} \cdot \overline{X}_{local} = G^T \cdot \overline{X}_{local} \quad (VI.2)$$

VI.2.2 Anisotropie élastique cristalline :

A l'échelle du grain, le comportement élastique dépend de la relation entre la direction de la contrainte et l'orientation du cristal.

Le comportement anisotropie élastique du grain est décrit par l'équation :

$$\sigma_{ij} = C_{ijkl} \varepsilon_{kl} \quad (\text{VI.3})$$

D'où $\bar{\sigma}$ est le tenseur des contraintes, $\bar{\varepsilon}$ est le tenseur des déformations et \bar{C} est le tenseur des rigidités.

Pour le cuivre qui possède une structure cubique, il faut seulement 3 coefficients indépendants pour décrire le tenseur des rigidités : C_{11} , C_{12} et C_{44} (Figure VI.1.2). Dans le repère du cristal, le comportement élastique s'écrit :

$$\begin{pmatrix} \sigma_1 \\ \sigma_2 \\ \sigma_3 \\ \sigma_4 \\ \sigma_5 \\ \sigma_6 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} C_{11} & C_{12} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{11} & C_{12} & 0 & 0 & 0 \\ C_{12} & C_{12} & C_{11} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & C_{44} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} \varepsilon_1 \\ \varepsilon_2 \\ \varepsilon_3 \\ \varepsilon_4 \\ \varepsilon_5 \\ \varepsilon_6 \end{pmatrix} \quad (\text{VI.4})$$

L'anisotropie du matériau est caractérisée par un coefficient d'anisotropie A [Zener 48] défini par:

$$A = \frac{2 \cdot C_{44}}{C_{11} - C_{12}} \quad (\text{VI.5})$$

Ce coefficient est égal au rapport des modules de cisaillement maximal et minimal en considérant tous les chargements de cisaillement possibles d'un monocristal. Ce coefficient est aussi proche du rapport des modules de traction en considérant tous les axes de traction possibles. Dans le cas d'un matériau isotrope, ce coefficient vaut 1. Plus le coefficient est élevé, plus le cristal est anisotrope.

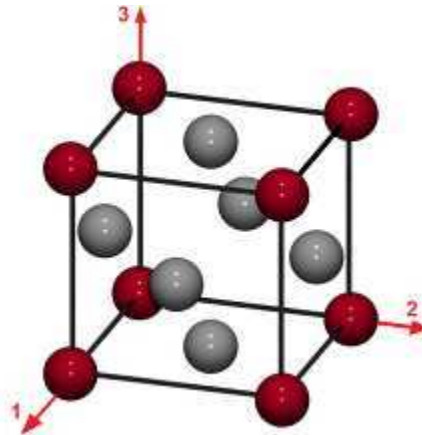


Figure VI.2.2 Maille cubique du cuivre – cubique à face centrée (c.f.c.)

Les modules élastiques et le coefficient d'anisotropie du cuivre sont présentés dans le tableau VI.2.1 [Iida, 92]. Le coefficient d'anisotropie du cuivre est de 3.21 et le cuivre est considéré comme un cristal fortement anisotrope.

Tableau VI.2.1 Coefficients élastiques et coefficient d'anisotropie du cuivre

| C_{11} (Gpa) | C_{12} (Gpa) | C_{44} (Gpa) | A |
|-------------------|-------------------|-------------------|------|
| 168.4 | 121.4 | 75.4 | 3.21 |

VI.2.3 Anisotropie plastique cristalline :

Quand un monocristal se déforme sous une contrainte de traction, on observe que la déformation plastique se fait par glissement de plans cristallins parallèles bien définis. Ce glissement se produit par le mouvement des dislocations dans ces plans cristallographiques particuliers, appelés plans de glissement, le long de directions particulières au sein de ces plans, appelées directions de glissement. La combinaison d'un plan de glissement et d'une direction de glissement forme un système de glissement. Le plan de glissement est généralement considéré comme le plan le plus compact dans le système. Et la direction de glissement est la direction la plus dense dans le plan de glissement.

VI.2.3.1 Définition des systèmes de glissement

Dans le cas des structures c.f.c., le plan (1 1 1), par exemple, est un plan de glissement et contient 3 directions de glissement de [-1 1 0] ; [0 -1 1] et [1 0 -1] (Fig. VI.2.3). Il y a 4 plans de type {111}. Dans chacun de ces plans, il existe 3 directions possibles de glissement, les directions <110>. Finalement, dans chaque grain, il existe 12 systèmes de glissement {111}<110>. Les plans, les directions et les systèmes sont notés selon les notations de Schmid et Boas [Schmid 50] (Tableau VI.1.2).

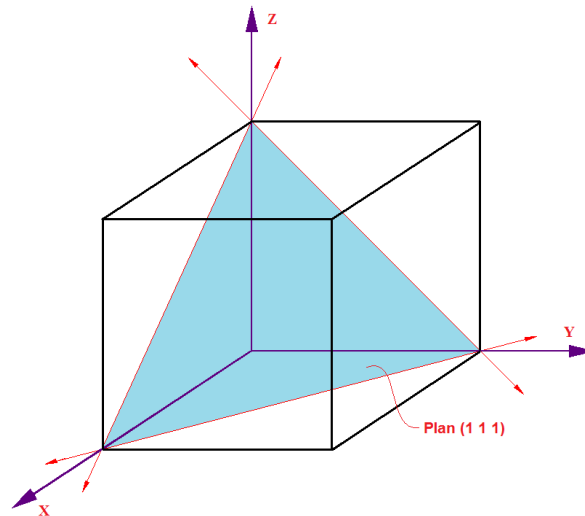


Figure VI.2.3 Le plan de glissement (1 1 1) et les directions de glissement associées dans un cristal c.f.c.

Tableau VI.2.2 Notations de Schmid et Boas

| Plans de glissement | Directions de glissement | | | | | | Systèmes de glissement possibles | | |
|---------------------|--------------------------|----------|---------|----------|----------|---------|----------------------------------|----|----|
| | | | | | | | A2 | A3 | A6 |
| A : (-1 1 1) | Directions de glissement | | | | | | A2 | A3 | A6 |
| B : (1 1 1) | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | 6 | B2 | B4 | B5 |
| C : (-1 -1 1) | [0 1 1] | [0 -1 1] | [1 0 1] | [-1 0 1] | [-1 1 0] | [1 1 0] | C1 | C3 | C5 |
| D : (1 -1 1) | | | | | | | D1 | D4 | D6 |

VI.2.3.2 Critère de Schmid**VI.2.3.2.1 Facteur de Schmid :**

Considérons un cas de traction simple le long de la direction E_2 sur un monocristal cylindrique de section S_0 comme représenté sur la Figure VI.1.4. On appelle F la force de traction. La contrainte de traction dans le cristal vaut $\sigma = F/S_0$. La cission résolue ($\tau^{(S)}$) sur un système de glissement (S) est calculée par :

$$\tau^{(S)} = \frac{F}{S_0} \cos \chi^{(S)} \cdot \cos \theta^{(S)} \quad (\text{VI.6})$$

D'où χ est l'angle entre l'axe de chargement et la normale au plan de glissement $\vec{n}^{(S)}$; θ est l'angle entre l'axe de chargement et la direction de glissement $\vec{m}^{(S)}$. Les vecteurs $\vec{n}^{(S)}$ et $\vec{m}^{(S)}$ sont des vecteurs unitaires.

Le critère de Schmid postule que glissement se produit lorsque la cission résolue dans la direction de glissement sur le plan de glissement atteint une valeur critique τ_c .

$$\tau^{(S)} - \tau_c^{(S)} = 0 \quad (\text{VI.7})$$

Cette cission critique est liée à la contrainte nécessaire pour déplacer les dislocations et entraîner des glissements dans le plan de glissement. Elle caractérise l'état d'écrouissage isotrope du système de glissement. Dans notre cas, étant donné l'état du recuit du cuivre étudié, elle est considérée comme identique pour tous les systèmes de glissement.

Le facteur de Schmid est déterminé par :

$$R^{(S)} = \cos \chi^{(S)} \cdot \cos \theta^{(S)} = \vec{n}^{(S)} \cdot \vec{E}_2 \cdot \vec{m}^{(S)} \cdot \vec{E}_2 \quad (\text{VI.8})$$

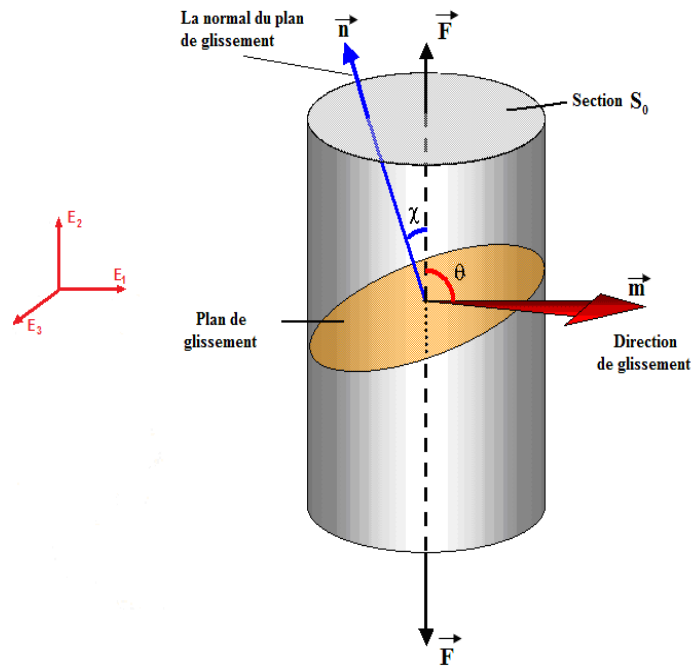


Figure VI.2.4 Facteur de Schmid pour le cas de traction simple

VI.2.3.2.2 Tenseur de Schmid

Dans le cas d'un état de contrainte quelconque, la cission résolue d'un système de glissement est calculée par :

$$\tau^{(s)} = \sum_{i,j=1}^3 \sigma_{ij} \cdot R_{ij}^{(s)} \quad |^{(SP)} \tag{VI.9}$$

où $\overline{R}^{(s)}$ est le tenseur de Schmid d'un système de glissement exprimé dans le repère de l'éprouvette. Il est déterminé par

$$R_{ij}^{(s)} = \frac{1}{2} \left(n_i^{(s)} m_j^{(s)} + n_j^{(s)} m_i^{(s)} \right) \quad |^{(SP)} \tag{VI.10}$$

$\overline{\sigma}$ est le tenseur des contraintes locales dans le grain exprimé dans le repère de l'éprouvette

Connaissant l'orientation de chaque grain dans le repère de l'éprouvette (par EBSD). Le tenseur de Schmid de chaque système de glissement et pour chaque grain peut-être calculé. A l'aide de calculs par éléments finis, nous calculerons via l'équation (VI.9), la cission résolue locale de chaque système et pour tous les grains étudiés afin de vérifier la pertinence du critère de Schmid dans notre étude.

VI.1.3.2.3 Critères d'activation des systèmes de glissement considérés dans l'étude**Critère élastique isotrope (facteur de Schmid « classique ») :**

Dans le cas d'un polycristal où nous supposons que le comportement d'un grain est élastique isotrope, tous les grains ont la même réponse élastique malgré leur différente orientation et les contraintes locales sont égales aux contraintes appliquées :

$$\sigma_{ij} = \Sigma_{ij} ; \forall i, j$$

L'éprouvette supporte une contrainte de traction/compression dans le sens E_2 . Dans le repère global, le tenseur des contraintes locales s'écrit en tout point :

$$\overset{=}{\sigma} = \overset{=}{\Sigma} = \begin{pmatrix} 0 & 0 & 0 \\ 0 & \Sigma & 0 \\ 0 & 0 & 0 \end{pmatrix}$$

$\overset{=}{\Sigma}_{ij}$ est le tenseur des contraintes macroscopiques dans le repère global

La cisssion résolue locale du système de glissement (S) en tout point de chaque grain vaut :

$$\tau^{(S)} = R_{22}^{(S)} \cdot \Sigma \rightarrow \frac{\tau^{(S)}}{\Sigma} = R_{22}^{(S)}$$

où R_{22} est la composante 22 du tenseur de Schmid (Eq. VI.10) écrit dans le repère global et est aussi le facteur de Schmid défini par l'équation (VI.8)

Critère élastique anisotrope :

Dans le cas où le comportement élastique du cristal est considéré comme anisotrope, le tenseur des contraintes local varie d'un point à l'autre et la cisssion résolue associé à un système de glissement est calculée par l'équation (VI.9).

Dans la suite, nous comparons les cisssions résolues maximales normées par la contrainte appliquée Σ obtenue par les 2 critères : élastique isotrope et élastique anisotrope.

$$\mathbf{Max}_{\text{tous les systèmes}} \left| \frac{\tau^{(S)}}{\Sigma} \right| \begin{cases} \text{Elastique Isotrope} \\ \text{Elastique Anisotrope} \end{cases}$$

VI.2.4 Angle « π » :

Les expériences montrent que les bandes de glissement du type II observées en MO et MEB ont une seule direction montrant qu'un système de glissement s'active de manière prédominante. Nous l'appellerons système primaire. Les bandes de type III présentent majoritairement deux directions de bandes. On peut donc en déduire que deux systèmes de glissement s'activent avec une intensité similaire.

On appelle l'angle π (Fig. VI.2.5), l'angle entre ces bandes de glissement et l'axe de sollicitation. Connaissant l'orientation du cristal, on peut calculer l'angle π théorique pour tous les plans de glissement.

Cet angle est défini par :

$$\cos \pi = \frac{(\overline{n_{PG}} \wedge \overline{n_{surface}}) \cdot \overline{\sigma}}{\|\overline{n_{PG}} \wedge \overline{n_{surface}}\| \cdot \|\overline{\sigma}\|} \tag{VI.11}$$

Avec $\overline{n_{PG}}$: vecteur normal du plan de glissement

$\overline{n_{surface}}$: vecteur normal de la surface de l'éprouvette

$\overline{\sigma}$: direction du chargement uniaxial

Le détail de tous les calculs de ces paramètres cristallographiques peut être trouvé dans [Mineur 00], [Sabatier 02] ou [Bridier 06].

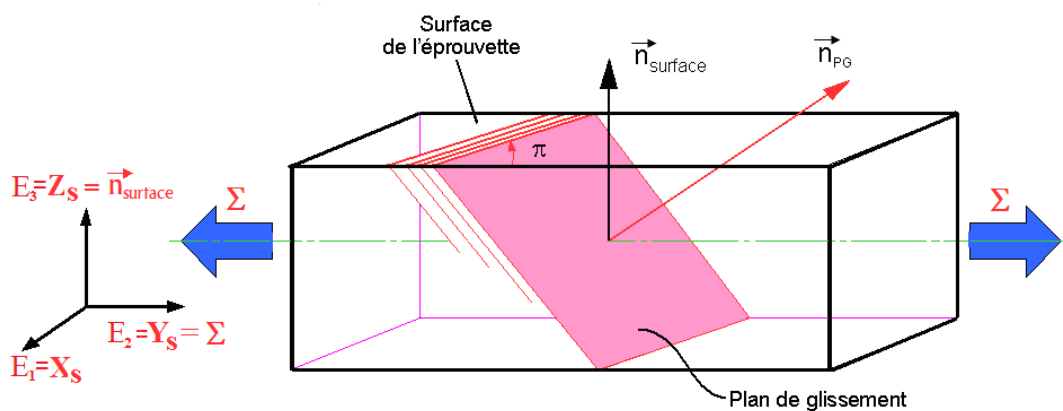


Figure VI.2.5 Schéma représentant l'angle π entre les traces de glissement en surface et l'axe de chargement de l'éprouvette [Mineur 00].

La comparaison de l'angle π mesuré et l'angle π expérimental permet d'identifier le plan de glissement qui a glissé (la direction de glissement ne peut pas être déterminée par cette technique).

VI.2.5 Angle « β » :

La connaissance de l'orientation du grain permet également de calculer l'angle β entre la direction de glissement et la normale à la surface de l'éprouvette (Fig. VI.1.6)

L'angle β de chaque direction de glissement est calculé par :

$$\cos \beta = \frac{(\overline{SD} \cdot \overline{n_{surface}})}{\|\overline{SD}\| \cdot \|\overline{n_{surface}}\|} \quad (\text{VI.12})$$

Avec \overline{SD} : direction de glissement
 $\overline{n_{surface}}$: vecteur normal de la surface de l'éprouvette

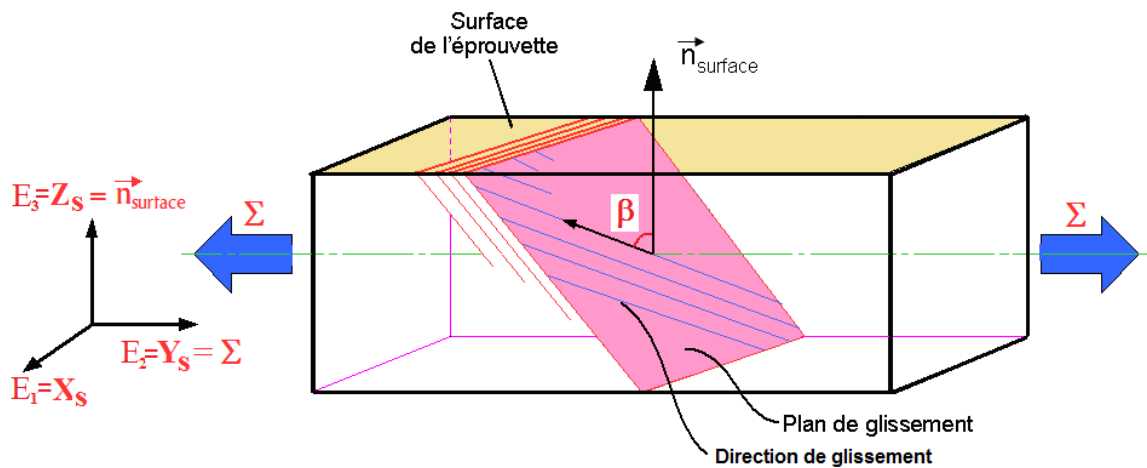


Figure VI.2.6 Schéma représentant l'angle β entre la direction de glissement et la normale à la surface de l'éprouvette [Mineur 00].

Le calcul de cet angle a été utilisé pour déterminer si un joint de grain de désorientation de 60° était un joint de macles (voir Annexe 3)

VI.3 Rôle du voisinage sur la distribution de contrainte dans les grains - Champ de contraintes à la surface d'un bicristal calculé par simulation éléments finis :

Pour étudier l'influence de la désorientation entre deux grains et de l'orientation du joint de grain sur la distribution de contraintes dans un grain, nous commençons avec le cas simple d'une simulation de bicristal.

VI.3.1. Géométrie du problème et conditions limites

La géométrie du problème est donnée sur la Figure VI.3.1. La largeur a et l'épaisseur b de l'éprouvette sont prises égales à $10\ \mu\text{m}$. La longueur L est de $30\ \mu\text{m}$. La surface du joint de grain est perpendiculaire à la surface de l'éprouvette observée. Une contrainte de traction uniforme Σ est appliquée aux deux extrémités. Nous supposons une adhérence parfaite entre les deux cristaux au niveau du joint de grain. Le comportement introduit dans les cristaux est élastique anisotrope.

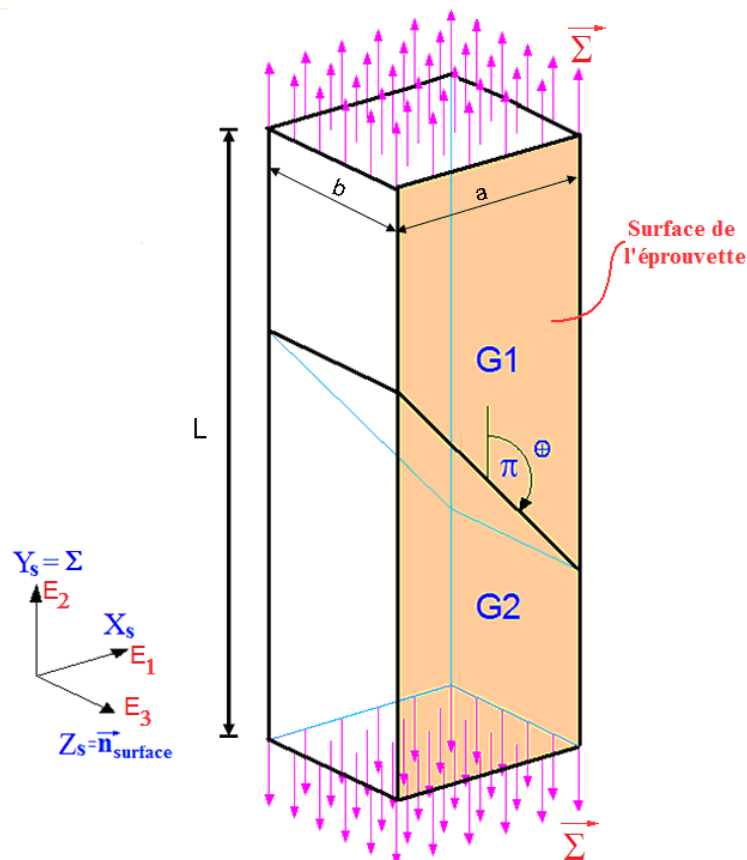


Figure VI.3.1 Géométrie et conditions limite de la simulation d'un bicristal

VI.3.2 Influence de la désorientation entre deux grains sur l'hétérogénéité du champ de contrainte

Pour étudier l'influence de l'orientation du grain sur la distribution de contrainte dans le grain, nous considérons 2 cas de bicristaux : un grain et sa macle, et deux grains d'orientations quelconques. Dans tous les cas, l'angle entre le joint de grain et le sens de traction α est égal à 135° . L'orientation des grains est inspirée d'une observation réelle sur une éprouvette du polycristal. La figure VI.3.2 montre une cartographie EBSD de la zone dont on s'est inspiré pour construire le bicristal avec les 3 grains G1, G2 et G3 que l'on cherche à modéliser. Des bandes de glissement ont été observées parallèles au joint de grain entre G1 et G2 et dans le grain G2. Aucune bande n'a été observée dans les grains G1 et G3. L'orientation des 3 grains, les angles « π » ; « β » et le facteur de Schmid R_{22} correspondant au sens de sollicitation E_2 sont présentés dans le tableau VI.3.1. La désorientation entre les 2 grains G1 et G2 est de 60° et le joint entre les 2 grains est un joint de macle où le plan du joint est un plan de glissement commun des 2 grains. Il s'agit du plan « B » dans le grain G1 et du plan « C » dans le grain G2. L'angle « π » de ces plans correspond à la trace du joint de macle entre les 2 grains. Il est de 44° . La désorientation entre les 2 grains G3 et G2 est de 39° , le joint entre les 2 grains est un joint de grain quelconque.

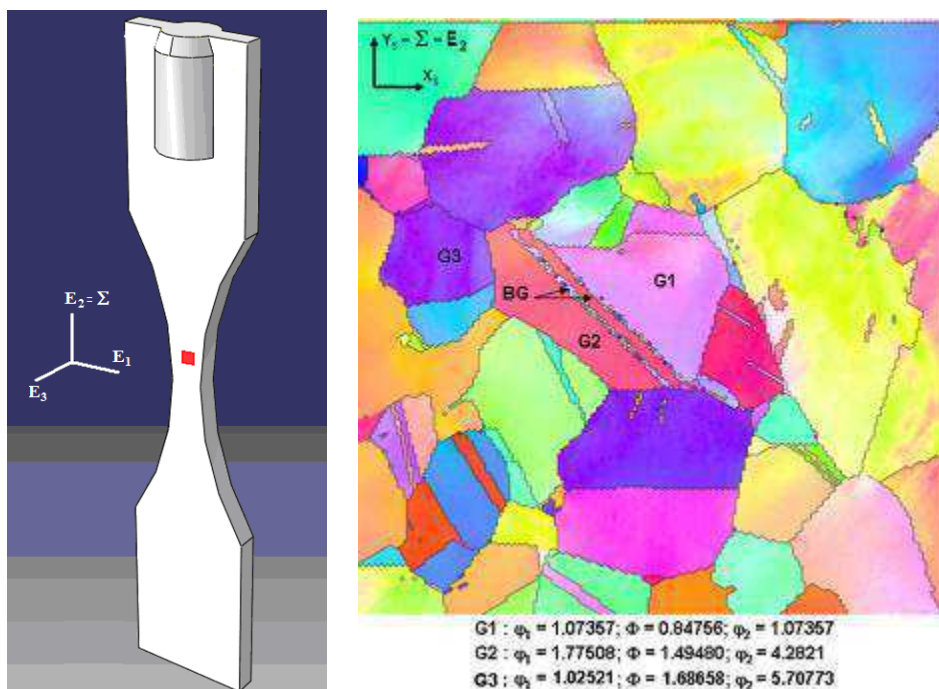


Figure VI.3.2 Cartographie EBSD indiquant les grains G1, G2 et G3 qui ont servi de base pour les simulations sur des bicristaux

Tableau VI.3.1 Orientation et données cristallographiques des 3 grains G1, G2 et G3 :
angles d'Euler et matrice de passage

| | ϕ_1 | Φ | ϕ_2 | Composant de [G] | | |
|-------------------------------------|----------|---------|----------|------------------|--------------|--------------|
| | | | | 0.30781 | -0.81583 | -0.48956 |
| G1 | 4.19282 | 2.63032 | 5.29832 | -0.85259 | -0.46490 | 0.23865 |
| | | | | -0.42230 | 0.34394 | -0.83867 |
| Désorientation G1-G2 ~ 60° (macles) | | | | | | |
| | | | | 0.22242 | 0.96846 | -0.11228 |
| G2 | 0.91594 | 2.8764 | 5.84046 | 0.95253 | -0.19131 | 0.23683 |
| | | | | 0.20788 | -0.15963 | -0.96504 |
| Désorientation G3-G2 = 39° | | | | | | |
| | | | | 0.38160126 | 0.749774136 | -0.540573051 |
| G3 | 1.02521 | 1.68658 | 5.70773 | 0.36525344 | 0.414915905 | 0.833327496 |
| | | | | 0.84909976 | -0.515444989 | -0.11552515 |

Les angles « π » et « β » correspondant à chaque plan de glissement

| G1 | | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-------|---------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R ₂₂ | 0.158 | 0.479* | 0.321 | 0.324 | 0.146 | 0.178 | 0.062 | 0.051 | 0.011 | 0.229 | 0.383 | 0.154 |
| π | 44.1° | | | 23.7° | | | 0.5° | | | 85.7° | | |
| β | 59° | 75.7° | 40.4° | 79.8° | 20.1° | 40.4° | 79.8° | 75.7° | 64.8° | 59° | 20.1° | 64.8° |

| G2 | | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|--------------|-------|-------|-------|-------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R ₂₂ | 0.292 | 0.284 | 0.008 | 0.419 | 0.436 | 0.017 | 0.317 | 0.491 | 0.143 | 0.444 | 0.309 | 0.134 |
| π | 24.1° | | | 54.6° | | | 62.4° | | | 44.1° | | |
| β | 75.7° | 52.9° | 31.8° | 84.9° | 40.4° | 31.8° | 84.9° | 52.9° | 59.0° | 75.7° | 40.4° | 59.0° |

| G3 | | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------------|-------|-------|-------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R ₂₂ | 0.189 | 0.1 | 0.288 | 0.171 | 0.251 | 0.081 | 0.378 | 0.062 | 0.44 | 0.019 | 0.09 | 0.071 |
| π | 72.4° | | | 74° | | | 41.6° | | | 6.1° | | |
| β | 29.7° | 30.6° | 89.6° | 76.3° | 75.9° | 89.6° | 76.3° | 30.6° | 51.4° | 29.7° | 75.9° | 51.4° |

* Les valeurs maximales sont représentées en rouge et gras

La figure VI.3.3 présente la géométrie, les grains et le maillage des systèmes étudiés. L'élément utilisé est quadrangle linéaire. Le maillage est de $0.5 \mu\text{m}$ dans toute la géométrie. Pour éliminer les effets de la concentration de contrainte aux bords de l'éprouvette, le champ de contrainte est pris le long de l'axe milieu sur la surface de l'éprouvette (Fig. VI.3.3).

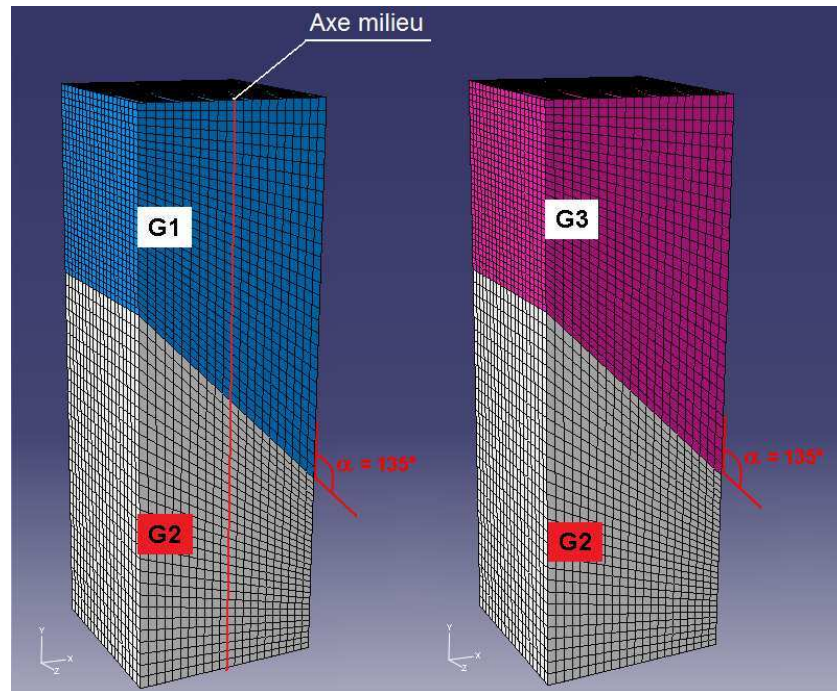


Figure VI.3.3 Les 2 bicristaux simulés : [G1-G2] et [G3-G2] avec $\alpha = 135^\circ$

Le profil des rapports σ_{22}/Σ et $|\tau_{\max}/\Sigma|$ le long de l'axe milieu sur la surface de l'éprouvette des deux bicristaux est présenté sur la figure VI.3.4. A l'extrémité des éprouvettes, la contrainte σ_{22} dans les grains est égale à la contrainte appliquée Σ . Mais quand on s'approche du joint de grain, la contrainte σ_{22} dans le grain G2 diminue ou augmente selon le grain voisin G1 ou G3 et présente une discontinuité au joint de grain. Par conséquent, le rapport $|\tau_{\max}/\Sigma|$ suit le même type d'évolution.

Pour le bicristal [G1-G2], nous observons une concentration de la contrainte σ_{22} au joint de grain dans le grain G2. A l'approche du joint de grain, la contrainte σ_{22} dans le grain G1 croit aussi mais reste plus faible que celle dans le grain G2.

Pour le bicristal [G3-G2], à l'approche du joint de grain, σ_{22} dans le grain G3 augmente et devient supérieure à la contrainte appliquée Σ alors que dans le grain G2, la contrainte σ_{22} diminue et est inférieure à Σ .

Le rapport $|\tau_{\max}/\Sigma|$ est plus élevé au niveau du joint de grain qu'aux 2 extrémités des éprouvettes. A l'approche du joint, $|\tau_{\max}/\Sigma|$ atteint une valeur beaucoup plus forte dans le bicristal [G1-G2] que dans le bicristal [G3-G2].

En comparant le profil de la contrainte σ_{22} le long de l'éprouvette dans le grain G2 dans les deux cas de bicristaux [G1-G2] et [G3-G2], nous constatons qu'il dépend de l'orientation du grain voisin. Considérons le grain G2, le grain commun dans les 2 simulations. Dans le cas du bicristal [G1-G2], la contrainte σ_{22} dans le grain G2 augmente à l'approche du joint de grain. Au contraire dans le cas du bicristal [G3-G2], elle diminue. En conséquence, $|\tau_{\max}/\Sigma|$ augmente et atteint sa valeur maximale au niveau du joint dans le cas du bicristal [G1-G2] alors qu'elle reste faible à l'approche du joint dans le cas du bicristal [G3-G2].

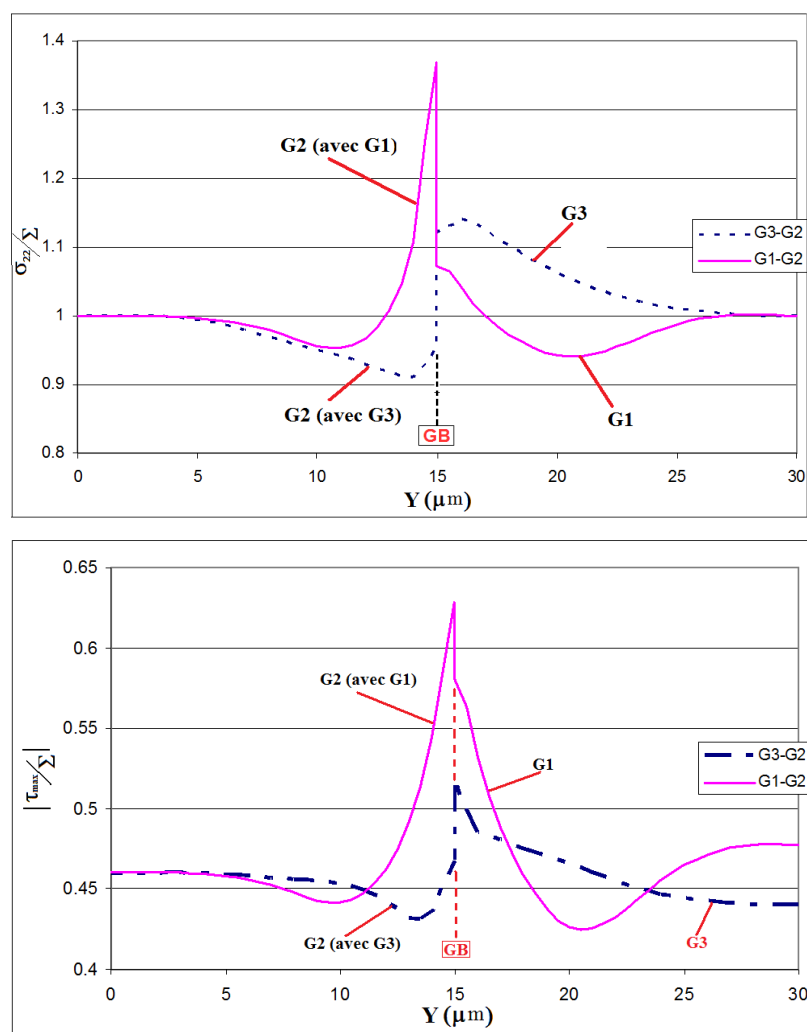


Figure VI.3.4 Contrainte σ_{22}/Σ et $|\tau_{\max}/\Sigma|$ le long de l'axe milieu sur la surface de l'éprouvette dans les 2 bicristaux [G1-G2] et [G3-G2]

Le tableau VI.3.2 donne le tenseur des contraintes et le taux de triaxialité des contraintes au joint de grain dans les 2 grains pour les 2 bicristaux [G1-G2] et [G3-G2]. La contrainte σ_{22} est toujours dominante et le taux de triaxialité reste très proche de celui d'un essai de traction uniaxiale (0.33). Néanmoins, les autres composants ne sont pas toujours négligeables et atteignent parfois le tiers de σ_{22} dans certains cas.

L'ensemble des résultats précédents montre que la désorientation entre deux grains adjacents joue un rôle sur l'hétérogénéité du champ de contrainte dans un grain au voisinage du joint de grain. Elle peut induire également une légère triaxialité. Par conséquent, on s'attend à des écarts de prédiction des systèmes de glissement actifs entre les deux critères « élasticité isotrope » et « élasticité anisotrope ».

Tableau VI.3.2. Tenseur des contraintes dans les 2 grains au joint de grain en 2 bicristaux

| G1-G2 | | σ_{11}/Σ | σ_{12}/Σ | σ_{13}/Σ | σ_{22}/Σ | σ_{23}/Σ | σ_{33}/Σ | Triaxialité |
|----------------------|----|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|----------------------|-------------|
| $\alpha = 135^\circ$ | G1 | -0.37 | 0.17 | 0.13 | 1.06 | -0.03 | -0.13 | 0.141 |
| | G2 | -0.04 | -0.26 | -0.02 | 1.37 | 0.15 | 0.10 | 0.357 |
| G3-G2 | | σ_{11}/Σ | σ_{12}/Σ | σ_{13}/Σ | σ_{22}/Σ | σ_{23}/Σ | σ_{33}/Σ | Triaxialité |
| $\alpha = 135^\circ$ | G3 | 0.039 | 0.045 | 0.062 | 1.017 | 0.043 | -0.115 | 0.295 |
| | G2 | -0.005 | -0.039 | 0.065 | 1.001 | 0.054 | 0.102 | 0.383 |

On s'attend aussi à des systèmes activés différents à l'intérieur du grain et au voisinage du joint de grain. Expérimentalement, des essais de fatigue réalisés sur des bicristaux de cuivre ont mis en évidence la présence d'une zone affectée par le joint de grain qui modifie le nombre et la nature des systèmes de glissement activés par rapport à ceux observés loin du joint de grain [Hu 98]. Pour aller plus loin dans notre analyse nous avons regardé les valeurs de cisssions résolues maximales et la nature des systèmes activés dans les deux bicristaux.

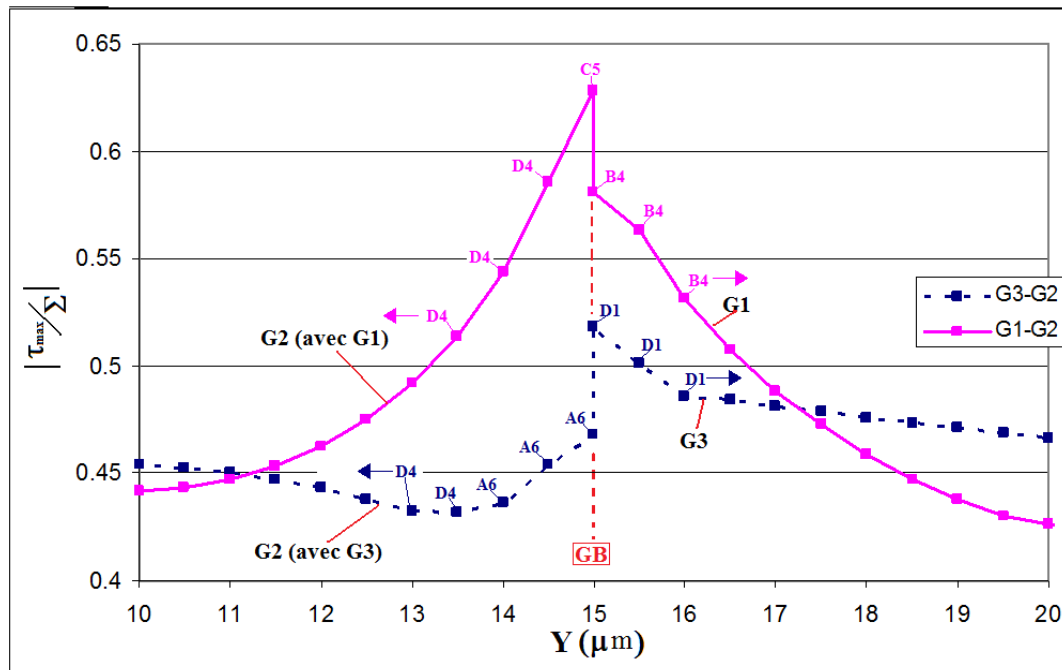


Figure VI.3.5 Cission maximale $|\tau_{\max}/\Sigma|$ et système activé proche du joint dans les 2 bicristaux [G1-G2] et [G3-G2]

Tableau VI.3.3. Cission résolue maximale normalisée et nature des systèmes activés à cœur et au joint de grain prédites par le critère « élasticité anisotrope » pour les deux bicristaux

| G1-G2 | | | τ_{\max}/Σ | Systèmes activés |
|----------------------|----|----------------|----------------------|------------------|
| $\alpha = 135^\circ$ | G1 | cœur | 0.455 | B4 |
| | | Joint de grain | 0.581 | B4 |
| | G2 | cœur | 0.460 | D4 |
| | | Joint de grain | 0.628 | C5 |

| G3-G2 | | | τ_{\max}/Σ | Systèmes activés |
|----------------------|----|----------------|----------------------|------------------|
| $\alpha = 135^\circ$ | G3 | cœur | 0.445 | D1 |
| | | Joint de grain | 0.519 | D1 |
| | G2 | cœur | 0.457 | D4 |
| | | Joint de grain | 0.468 | A6 |

La figure VI.3.5 et le tableau VI.3.3 donnent la cission résolue maximale normalisée par la contrainte appliquée proche du joint de grain dans les deux bicristaux [G1-G2] et [G3-G2]. On constate que la cission maximale $|\tau_{\max}/\Sigma|$ dans le grain G2 est très élevée au niveau du joint dans le cas [G1-G2] qui correspond au cas d'une macle alors qu'elle est plutôt faible dans l'ensemble de l'éprouvette dans le cas [G3-G2].

Le système de glissement activé au cœur des grains dans tous les cas est le système possédant le facteur de Schmid R_{22} maximale : le « B4 » dans le grain G1 ; le « D4 » dans le grain G2 et le « D1 » dans le grain G3. Néanmoins, à l'approche du joint de grain, le système de glissement activé peut être différent :

+ Pour le cas des macles [G1-G2], le système activé selon le critère de la cission résolue maximale au niveau du joint dans le grain G2 n'est plus le « D4 » comme au cœur du grain mais le « C5 » - Il s'agit du plan de macle entre les 2 grains.

+ Pour le cas [G3-G2], le système activé au niveau du joint dans le grain G2 est le « A6 » alors qu'au cœur du grain, c'est le « D4 ».

L'apparition des bandes de glissement ne dépend donc pas uniquement de l'orientation du cristal mais aussi de l'orientation de ses voisins. Ce résultat est en accord ceux de Sumigawa et Kitamura [Sumigawa 04] qui ont effectué des calculs similaires à ceux présentés ici. Les résultats montrent aussi qu'une macle par rapport à un grain quelconque est un « voisin » qui favorise la plasticité au joint de grain.

VI.3.3. Influence de l'orientation du joint de grain sur l'hétérogénéité du champ de contrainte

Pour étudier l'influence de l'orientation du joint de grain sur la distribution de contrainte, les bicristaux [G1-G2] et [G3-G2] sont simulés avec différents angles α entre le plan du joint de grain et la direction de chargement. Cela nous permet de calculer le champ de contrainte dans les 2 grains le long de l'axe milieu sur la surface de l'éprouvette en fonction de l'angle α qui varie de 40° à 130° dans cette étude.

Nous considérons tout d'abord 2 cas : $\alpha = 45^\circ$ et $\alpha = 135^\circ$ dans le bicristal [G1-G2]. La figure VI.3.6 présente la géométrie, les grains et le maillage des systèmes étudiés pour le cas $\alpha = 45^\circ$ et $\alpha = 135^\circ$.

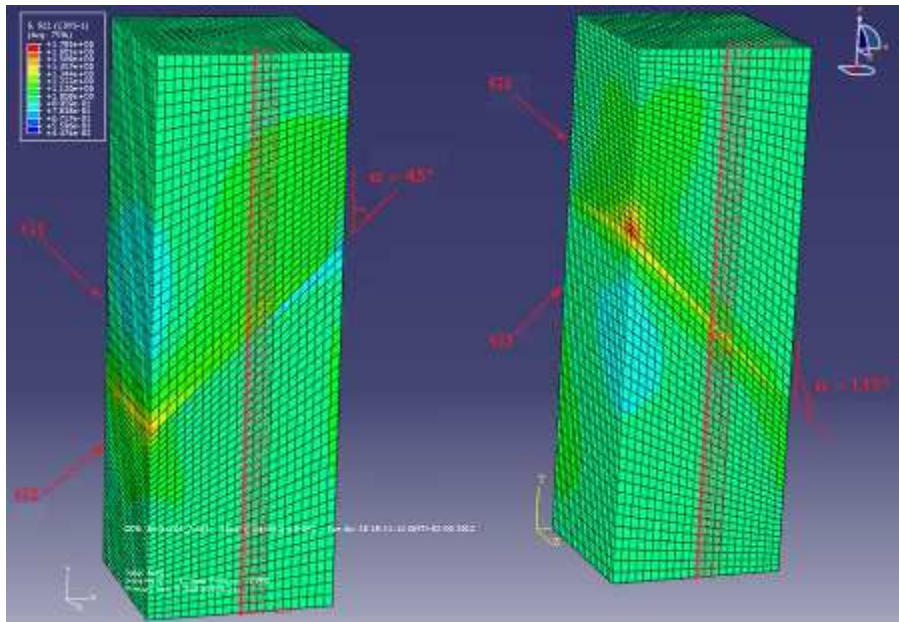


Figure VI.3.6 Simulations du problème du bicristal avec $\alpha = 45^\circ$ et $\alpha = 135^\circ$

Le profil de σ_{22}/Σ le long de l'axe milieu sur la surface de l'éprouvette du bicristal [G1-G2] est présenté dans la figure VI.3.7. Comme dans l'étude précédente, aux extrémités de l'éprouvette, la contrainte σ_{22} est égale à la contrainte appliquée Σ . Quand on s'approche du joint de grain, la contrainte σ_{22} diminue ou augmente selon la valeur de l'angle α . Dans le cas où $\alpha = 45^\circ$, la contrainte σ_{22} dans le grain G2 diminue à l'approche du joint de grain et devient inférieure à la contrainte appliquée Σ alors que dans le grain G1, à l'approche du joint de grain, la contrainte σ_{22} augmente par rapport à la contrainte appliquée Σ . En conséquence, au joint de grain, la contrainte σ_{22} dans le grain G1 est supérieure à celle dans le grain G2 alors que c'est l'inverse dans le cas $\alpha = 135^\circ$. Ce résultat montre que le champ de contrainte dans les 2 grains est affecté par l'angle α . Autrement dit, la distribution de contrainte dans un grain, surtout autour du joint de grain, dépend non seulement de l'orientation du grain et de celles de ses voisins mais aussi de l'orientation de la surface du joint de grain par rapport à la direction de sollicitation.

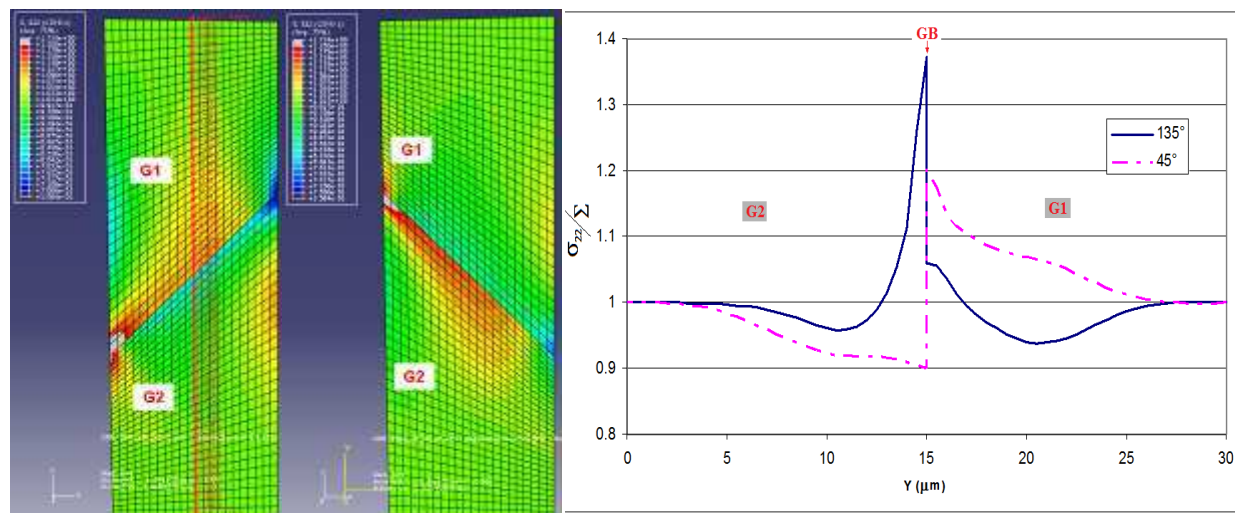


Figure VI.3.7 La contrainte principale σ_{22}/Σ dans le bicristal [G1-G2]

correspond à $\alpha = 45^\circ$ et à $\alpha = 135^\circ$

La figure VI.3.8 (a) présente la contrainte σ_{22}/Σ et la figure VI.3.8 (b) présente la cission résolue maximale $|\tau_{\max}/\Sigma|$ et la nature du système activé au joint de grain dans les 2 grains de bicristal [G1-G2] en fonction de l'angle α . Elle montre de manière plus systématique l'influence de l'angle α sur la valeur de la contrainte σ_{22} au joint de grain pour chaque grain. A $\alpha = 90^\circ$, nous trouvons logiquement que $\sigma_{22} = \Sigma$, puisqu'il y a continuité du vecteur de contrainte à l'interface. Quand $\alpha = 135^\circ$, la contrainte σ_{22} est supérieure dans le grain G2 et vaut 1.37 fois Σ . Dans ce cas, le plan de glissement activé dans le grain G2 est le « C5 ». Il s'agit du plan de macle et la trace des bandes de glissement du système « C5 » sera parallèle au joint. On peut noter que dans le cas de cet angle (qui correspond au cas où le joint est à 45° de la direction de chargement), la cission résolue maximale au joint de grain dans le grain G2 atteint sa valeur maximale. Dans le cas de l'éprouvette réelle, l'angle de la trace des bandes de glissement avec le sens de sollicitation - $\pi_{\text{réel}}$ - correspond à 135° et les bandes de glissement sont observées sur le joint de grain et dans le grain G2. Cette observation trouve un bon accord avec les résultats de simulation. L'angle α modifie le profil de la contrainte σ_{22} le long de la direction de sollicitation. Comme précédemment, nous avons regardé s'il modifiait l'activité plastique. Les valeurs de cission résolue maximale varient avec l'angle α comme attendu puisque les contraintes varient. Pour le grain G2, on constate que la nature du système potentiellement activé change aussi : il peut être aussi bien A6, D4, et C5 selon l'angle α . En revanche, pour le grain G1, la variation de l'angle α n'affecte pas la nature du système de glissement associé qui est toujours le système B4.

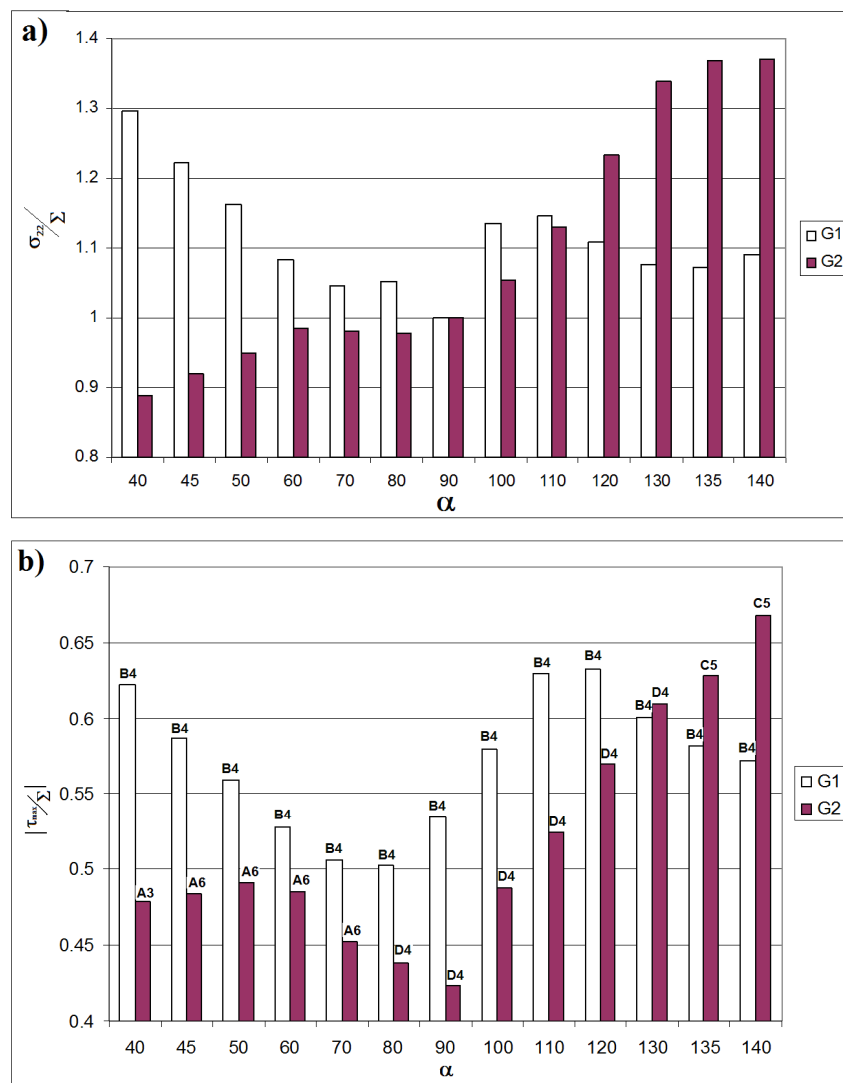


Figure VI.3.8. (a) Evolution de la contrainte principale σ_{22} et (b) la cission résolue maximale au joint de grain dans les 2 grains du bicristal [G1-G2] en fonction de l'angle α

Les mêmes calculs ont aussi été exécutés pour le cas du bicristal [G3-G2]. La figure VI.3.9 (a) et (b) présente la contrainte σ_{22}/Σ et la cission résolue maximale $|\tau_{max}/\Sigma|$ avec la nature du système activé au joint de grain dans les grains G3 et G2 en fonction de l'angle α .

On constate que la contrainte σ_{22} et la cission résolue maximale τ_{max} au niveau du joint de grain varient en fonction de l'angle α . Pourtant, la variation de l'angle α n'affecte pas la nature du système de glissement associé au niveau du joint de grain dans les 2 grains du bicristal [G3-G2].

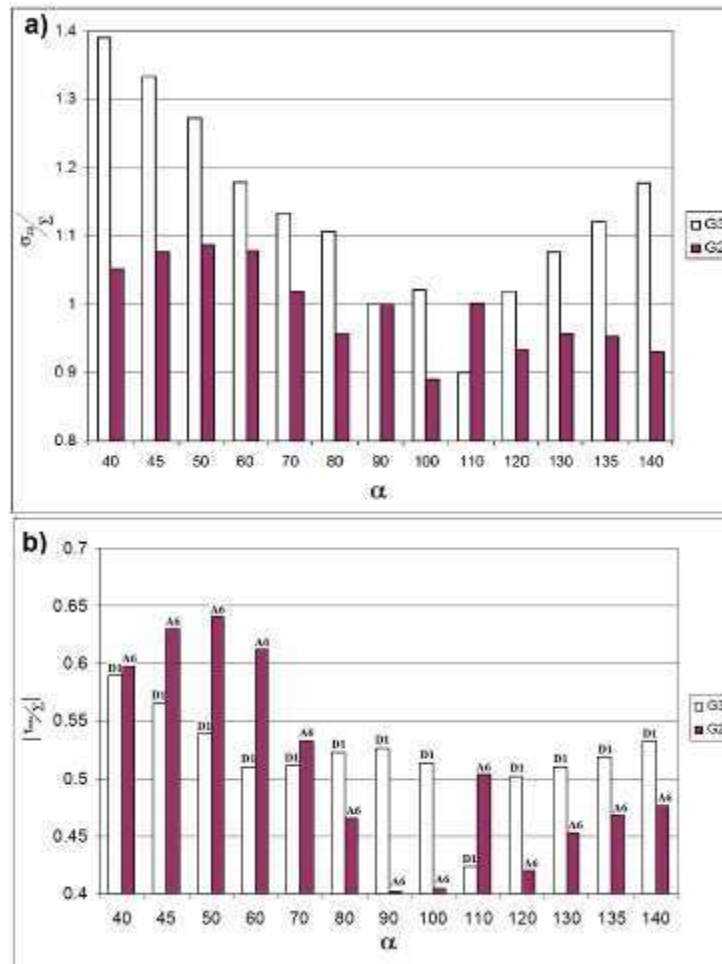


Figure VI.3.9. (a) La contrainte principale σ_{22} et (b) la cission résolue maximale au joint de grain des 2 grains du bicristal [G3-G2] en fonction de l'angle α

Dans le cadre d'une étude expérimentale sur les bandes de glissement dans des bicristaux de cuivre, Hu et al [Hu 98] ont constaté aucun effet de l'orientation du joint de grain sur l'activation de glissement. Ce résultat est en accord avec notre simulation pour le bicristal composé de 2 grains quelconques [G3-G2] où l'angle α n'affecte pas la nature du système de glissement potentiellement actif au niveau du joint de grain. Cependant, nous avons aussi trouvé que ce système de glissement variait en fonction de l'angle α dans le cas du bicristal composé d'une matrice et de sa macule [G1-G2]. Cette contradiction pourrait s'expliquer par :

+ Soit, le fait que l'orientation du joint de grain peut influencer la nature du système activé uniquement dans le cas d'une matrice et de sa macule mais pas dans le cas de 2 grains quelconques, cas étudié par Hu et al. Des simulations supplémentaires avec des différentes orientations de grains seraient nécessaires pour vérifier cette hypothèse.

+ Soit, le fait que les essais rapportés par Hu et al [Hu 98] ont été réalisés à de fortes amplitudes de contraintes. Dans ce cas, l'activation des systèmes de glissement est plus facile et peut se faire au cœur du grain qui « impose » son système. Ce système est celui qui possède le facteur de Schmid maximal et de manière évidente est indépendant de la présence du joint et donc de son orientation. Hu et al ne peuvent donc pas observer l'effet de l'orientation du joint de grain sur l'activation du glissement.

VI.3.4. Conclusions

L'anisotropie cristalline du cuivre induit des champs de contraintes hétérogènes dès le régime élastique, surtout aux alentours du joint de grain. Le champ de contrainte local dans le grain dépend non seulement de son orientation mais aussi de son voisinage : sa désorientation par rapport aux grains voisins et de l'orientation des joints de grain, soit de manière plus générale de la morphologie du grain. Pour calculer les contraintes locales dans le cas du cuivre polycristallin, il faudra tenir compte de la morphologie et de l'orientation des grains.

Le joint de grain est une zone de fort gradient de contraintes. Le système de glissement activé au niveau du joint de grain peut être différent de celui à cœur, prédit par un facteur de Schmid maximal. Dans la suite, nous étudions le rôle des joints de grain/macles et de manière plus générale les conditions d'apparition des bandes de glissement de types II et III en fatigue gigacyclique.

Notons que Leguillon et al [Leguillon 99] ont montré que, dans le cas élastique, le champ de contraintes, à l'approche de l'interface entre deux matériaux émergeant sur une surface libre, tend vers l'infini. Dans notre cas, on s'attend donc à ce que le champ de contrainte au niveau du joint de grain au niveau de la surface libre présente cette singularité et tende vers l'infini. Pour un calcul éléments finis, cela signifie que les valeurs des contraintes au voisinage du joint de grain dépendent de la taille de maille. La valeur des contraintes sera d'autant plus élevée que la taille de maille est petite. Dans ce travail, la taille de maille a été choisie à $0.5\mu\text{m}$. La taille de la zone affectée par le joint de grain est d'environ $5\mu\text{m}$ (Fig VI.3.4, VI.3.5 et VI.3.7). Les bandes de type II localisées aux joints de grain ont une largeur comprise entre 1 et $5\mu\text{m}$ (Chapitre V). Le bon accord entre la taille de la zone affectée par le joint de grain (profil de contrainte) et la largeur des bandes de glissement indique que le calcul de contraintes moyennes sur des mailles de $0.5\mu\text{m}$ permet de palier le problème de la

singularité élastique. Les calculs par éléments finis donnent ainsi des valeurs de contraintes raisonnables et cohérentes avec l'expérience. Ils sont donc utilisés dans la suite pour approfondir les conditions d'apparition des bandes de glissement dans des multicristaux

VI.4. Calculs du champ de contraintes à la surface d'un multi-cristal

VI.4.1. Introduction

Aujourd'hui, les calculs en champs complets sur des polycristaux se basent soit sur une représentation statistique du polycristal, soit sur une représentation de la microstructure réelle en 2D ou 3D, soit sur une approche mixte, c'est-à-dire réelle en surface et statistiquement représentative en volume. Dans le cas de microstructures synthétiques statistiquement représentatives, les données statistiques telles que la texture, la taille et la forme des grains sont reproduites par des polyèdres réguliers [Delannay 06] ; [Sauzay, 07], des polyèdres de Voronoï [Brenner 09] ; [Zeghadi 07] ou par des ellipsoïdes [Saint-Pierre 08]. Ces représentations sont très utiles pour effectuer des calculs 3D et obtenir des données statistiques telles que le comportement macroscopique, les contraintes moyennes et écarts-types par orientation. Elles sont insuffisantes pour comprendre des effets locaux tels que l'effet d'une désorientation entre deux grains ou d'un joint de grain. Il est alors indispensable d'avoir une description plus réelle de la géométrie de la microstructure. Celle-ci est obtenue à partir d'une cartographie EBSD en surface. La troisième dimension est soit ignorée donnant lieu à des calculs 2D [Kalidindi 92] ; [Becker 95], soit développée en extrudant les grains dans la troisième direction donnant lieu à des calculs dits en quasi-3D ou multicristal [Miyamoto 72] ; [Mika 98] ; [Hoc 03], soit représentée de manière statistique avec des approches identiques à celles utilisés dans la génération de microstructures synthétiques [Héripré 06] ; [Zeghadi 07] ; [Gérard 09]. Il existe très peu de travaux montrant des calculs en champs complets basés sur la représentation d'une microstructure réelle en 3D. Ils font appel à une reconstruction couche par couche d'un échantillon par polissage et cartographies EBSD successives [Musienko 07] dans le cas du cuivre [Qidwai 07] dans le cas d'un alliage de titane- β). Cette méthode est destructive et fastidieuse. L'épaisseur de la couche ne dépasse pas 500 μm [Qidwai 07]. Le développement des techniques utilisant le FIB (Focused Ion Beam) [Groeber 06] ou la microtomographie aux rayons X [Iino 04] devraient permettre d'accéder à ces informations plus facilement dans le futur.

En élasticité, des calculs en champs complets basés sur des microstructures statistiquement représentatives prenant en compte ou non les grains en sous-surface conduisent à des écarts de 10% sur la contrainte moyenne par orientation [Sauzay 07]. Des différences plus importantes existent sur les écarts-types. Zeghadi et al (2007) en partant d'une même microstructure de surface construite à partir de cellules de Voronoï (mais qui pourrait être une microstructure « réelle ») ont étudié l'impact de la microstructure en sub-surface sur le champ de contraintes. Les écarts sur les contraintes locales varient entre 5 et 60% et sont de l'ordre de 30% sur la contrainte moyenne par grain. En élastoplasticité, la dispersion sur la contrainte moyenne est plus élevée et peut aisément atteindre 50%. Néanmoins, dans le domaine élastique, les zones de maxima et de minima de contrainte sont identiques montrant que l'hétérogénéité du champ de contrainte surfacique est contrôlée par les grains en surface libre. Le champ de contrainte obtenu dans le calcul quasi 3D est très similaire à celui obtenu en faisant la moyenne des résultats obtenus pour différentes réalisations de microstructure en sub-surface. Dans notre étude, nous cherchons à analyser le lien entre les hétérogénéités du champ de contrainte dues à l'anisotropie élastique et la localisation des bandes de glissement. Pour cette raison et en première approximation, nous sommes partis d'une microstructure réelle obtenue par cartographie EBSD de la surface d'éprouvettes testées et avons effectué des calculs quasi 3D. Dans cette analyse, la plasticité est négligée. Cela est justifié par le fait qu'on se place dans les conditions où les premières bandes apparaissent. Néanmoins, il est clair que la microplasticité qui se met en place progressivement au cours du cyclage, avant l'apparition des bandes de glissement, peut modifier localement les champs de contrainte et donc l'activité plastique.

En conséquence, en tenant compte de la microstructure polycristalline surfacique réelle d'éprouvettes de cuivre étudiées et du comportement élastique cubique des grains, le champ de contraintes de plusieurs multicristaux est calculé par une simulation éléments finis sur Abaqus. Les résultats sont utilisés pour calculer les deux critères de plasticité présentés précédemment en différents endroits des multicristaux et en particulier aux endroits où sont apparues des bandes de glissement. La confrontation entre expérience et simulation nous permet de dégager des critères d'apparition des bandes.

VI.4.2 Méthode utilisée pour effectuer le calcul

A une amplitude de contrainte de 56.4 MPa, des premières bandes de glissement ont été observées sur la surface d'une éprouvette sollicitée jusqu'à 10^7 cycles. La figure VI.4.1 présente une micrographie MEB d'une zone de $170 \times 170 \mu\text{m}^2$ présentant des premières bandes de glissement au centre de l'éprouvette. Le logiciel d'acquisition EBSD et de traitement des données OIM nous permet de distinguer les grains (Figure VI.4.2). Les pixels sont distants de $1 \mu\text{m}$ centre à centre. Deux pixels adjacents désorientés de moins de 5° appartiennent au même grain et sont d'une même couleur. Les grains dans la zone étudiée sont numérotés. Par exemple, dans le cas de la figure VI.4.3, ils sont numérotés de 1 à 46. La géométrie et l'orientation de chaque grain sont ensuite introduites dans le logiciel Abaqus. Nous supposons une adhérence parfaite entre les grains au niveau du joint de grain. La microstructure des agrégats est extrudée de $20 \mu\text{m}$ selon l'axe E_3 – la normale à la surface de l'éprouvette. Les grains sont ensuite discrétisés et maillés par des éléments triangulaires linéaires. Chaque élément est associé à une seule orientation cristallographique ce qui permet de décrire exactement les joints de grain. On obtient ainsi un polycristal quasi-3D selon la dénomination introduite par Miyamoto [Miyamoto 72] ; [Zeghadi 07]. Afin d'acquérir plus précisément la valeur des contraintes au voisinage des joints de grain, la taille du maillage choisie est égale à $1 \mu\text{m}$. Le nombre de nœuds par grain en moyenne est donc de 800-900 nœuds.

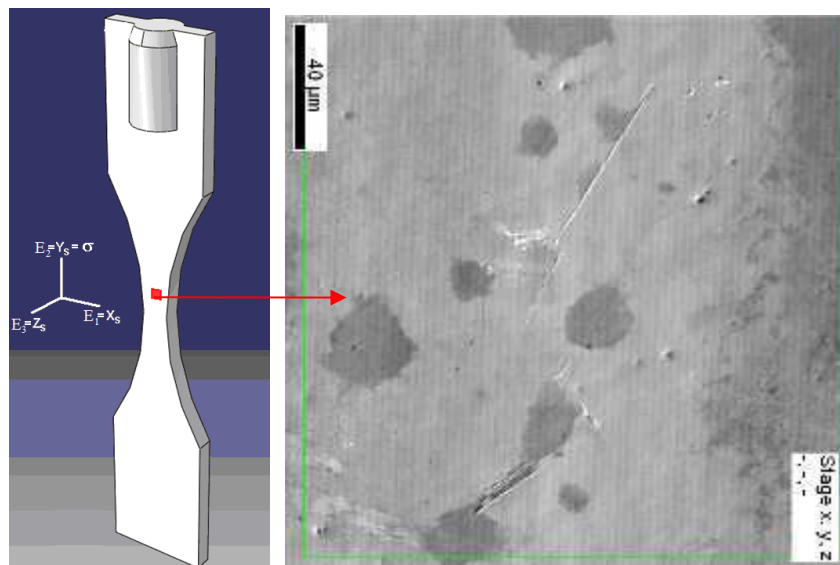


Figure VI.4.1 Des premières bandes de glissement au centre de l'éprouvette à 56.4 MPa - 10^7 cycles sur MEB

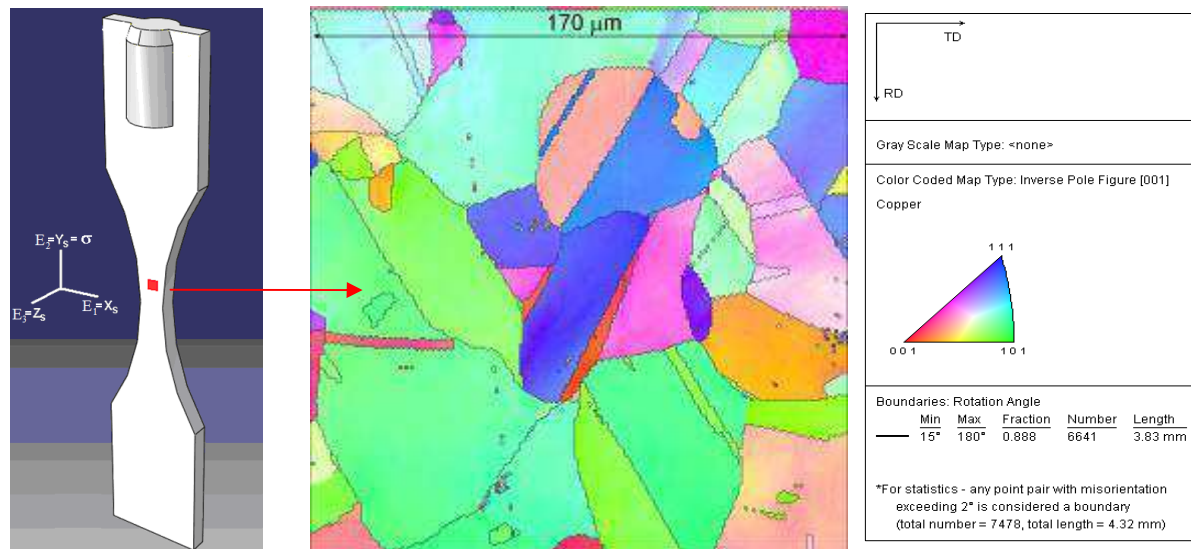


Figure VI.4.2 Cartographie EBSD d’une zone au centre de l’éprouvette

A l’échelle macroscopique, l’éprouvette supporte une contrainte cyclique de traction/compression selon l’axe E_2 . Pour les simulations, une pression uniforme est appliquée sur les deux faces de normales E_2 situées aux bords de la zone étudiée. Les surfaces latérales de cette zone sont libres (Figure VI.4.3.b). En appliquant au bord de la zone étudiée les conditions aux limites réelles qui existent au bord de l’éprouvette, on néglige l’effet des grains voisins des bords de la zone. Une amélioration possible serait d’imposer comme conditions aux limites le champ de déplacement réel mesurée par corrélation d’images [Héripré 06]. Mais dans le domaine élastique, celui-ci ne peut être évalué car les déplacements sont inférieurs à l’incertitude de mesures. Le sens de sollicitation dans toutes les micrographies suivantes est vertical.

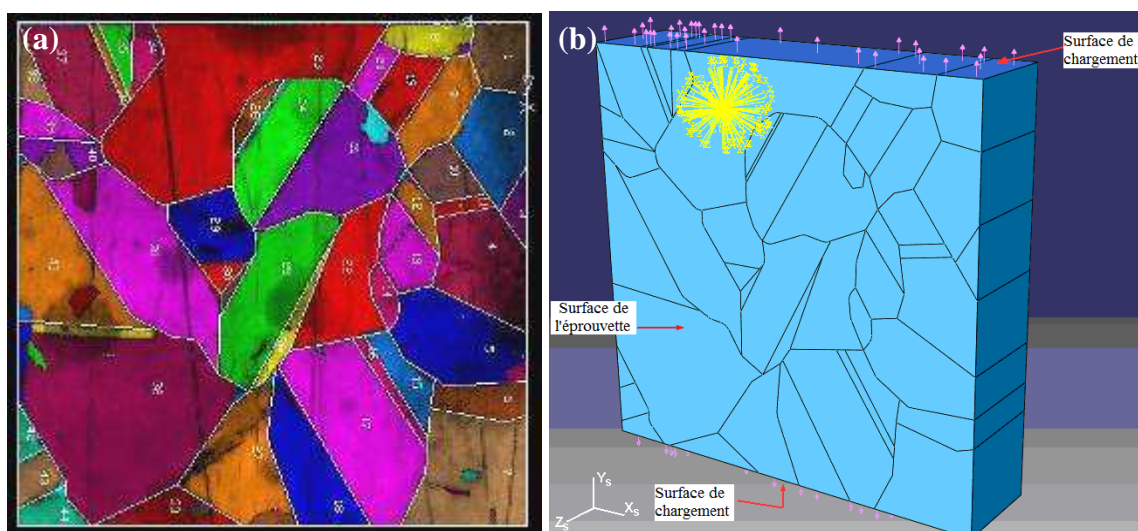


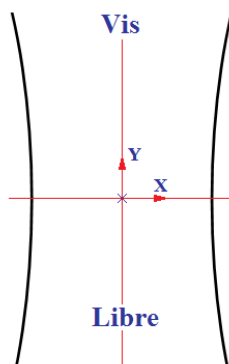
Figure VI.4.3 Cartographie d’un agrégat - Les grains sont distingués par couleur (a)
Simulation de la zone sur Abaqus (b)

VI.4.3 Analyse des bandes de type II

Les calculs des champs de contrainte sont exécutés sur 4 zones situées au centre de l'éprouvette où une centaine de bandes de glissement ont été observées. La position relative par rapport au centre de l'éprouvette (0,0) de chaque zone est présentée dans le tableau VI.4.1. Les cartographies EBSD et les micrographies MEB associées aux 4 zones : A ; B ; C ; D sont présentées sur la figure VI.4.4. Les cartographies sont de $170 \times 170 \mu\text{m}^2$. L'ensemble des 4 zones contient 192 grains. Toutes les bandes observées sont sur des joints de grain ou très proches des joints de grain (Bande de glissement de type II). Ce sont des premières bandes obtenues à $56.4 \text{ MPa } 10^7$ cycles.

Comme déjà indiqué, dans chaque zone étudiée, les grains sont numérotés. On note par exemple G32/A pour signifier le grain numéro 32 dans la zone A. Quand une/des bande(s) de glissement sont observées dans un grain, on dit que le grain est plastifié. Il y a 11 grains plastifiés parmi les 192 grains de l'ensemble des 4 zones.

Tableau VI.4.1 Position relative des zones étudiées par rapport au centre de l'éprouvette



| Zone | X (mm) | Y (mm) |
|------|--------|--------|
| A | 0.17 | 0.7 |
| B | 0.71 | 1.7 |
| C | -0.68 | -1.27 |
| D | -0.21 | 1.81 |

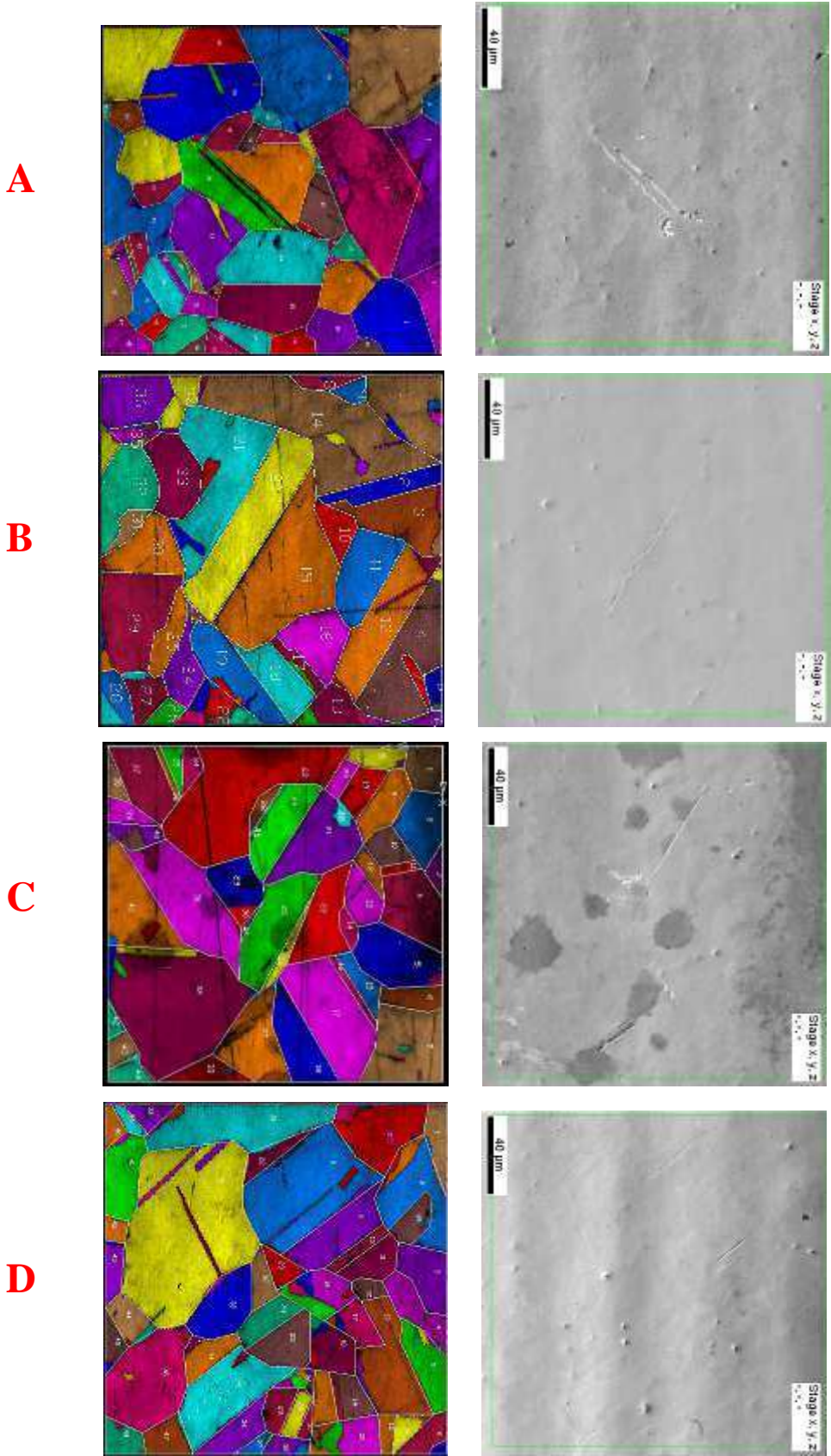


Figure VI.4.4 Cartographies des agrégats EBSD (les grains se distinguent par des couleurs différentes) et micrographies MEB des 4 zones simulées A ; B ; C ; D

Comme dans le cas du bicristal, le champ de contrainte dans tous les grains est calculé par simulation éléments finis sur Abaqus. La distribution de contraintes est hétérogène même dans un grain. Au voisinage de certains joints de grain, les contraintes augmentent ou diminuent par rapport à celles à l'intérieur du grain. La figure VI.4.5 présente la distribution de la contrainte de Von-Mises dans la zone C (Figure VI.4.5.a) et la micrographie MEB associée (Figure VI.4.5.b). On constate que les bandes observées sont placées sur des zones de concentration de contraintes situées aux joints de grain ou de macle.

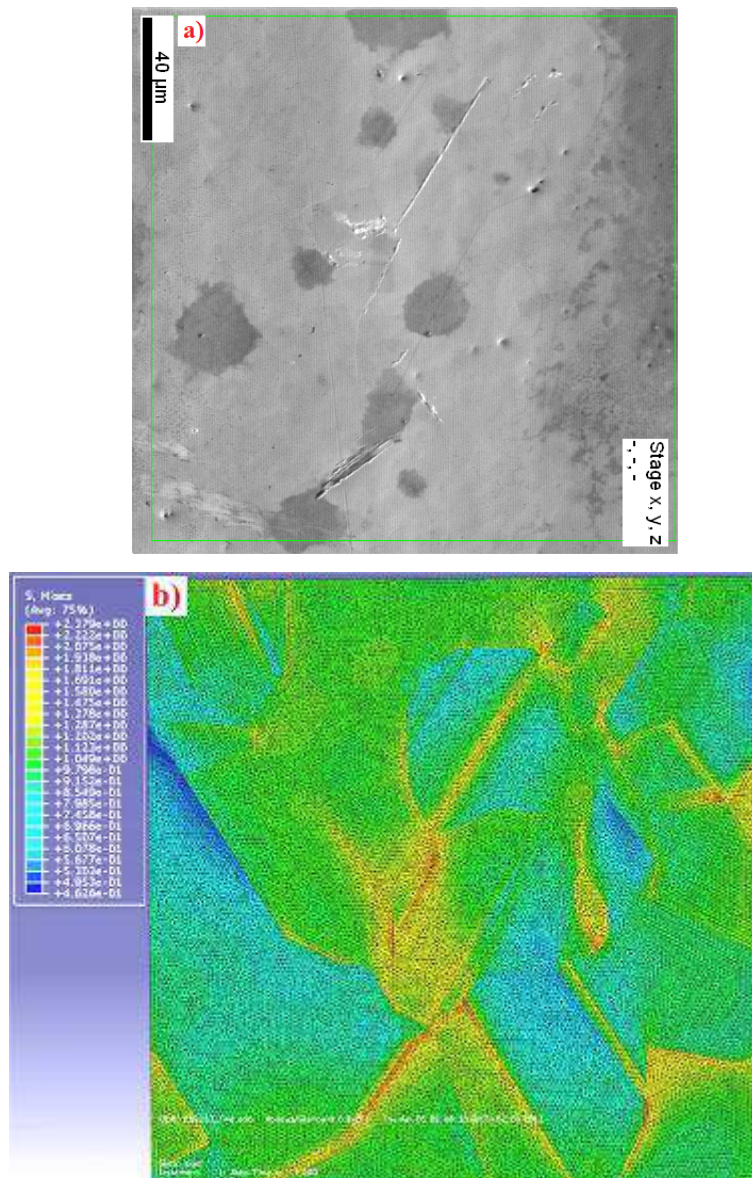


Figure VI.4.5. (a) Micrographie MEB
(b) distribution de la contrainte de Von-Mises dans la zone C

Pour vérifier si le critère de Schmid permet de prédire l'apparition des bandes de glissement, le maximum du rapport $\tau^{(s)}/\Sigma_{22}$ sur chaque grain a été déterminé par les 2 critères : « élasticité isotrope » et « élasticité anisotrope ».

VI.4.3.1 Identification des systèmes de glissement actifs

La plupart des premières bandes de glissement des 4 zones étudiées se trouve proche des joints de grain ou de macles. De ce fait, il est difficile de savoir par une simple observation dans quel grain se situe une bande. Dans cette étude, l'identification des systèmes de glissement activés dans les grains est faite par une comparaison manuelle entre les angles π calculés pour tous les plans de glissement possibles et l'angle π réel ($\pi_{\text{réel}}$) des traces observées en surface couplée au calcul de la cission résolue maximale dans le grain.

Pour illustrer la méthode, considérons la bande de glissement située sur le joint de grain entre le grain G20/B et G15/B. La figure VI.4.6 présente la micrographie MEB de cette bande de glissement (a) et la cartographie EBSD de l'agrégat où la bande de glissement apparaît en noir (b). L'observation seule ne permet pas de déterminer à quel grain appartient la bande.

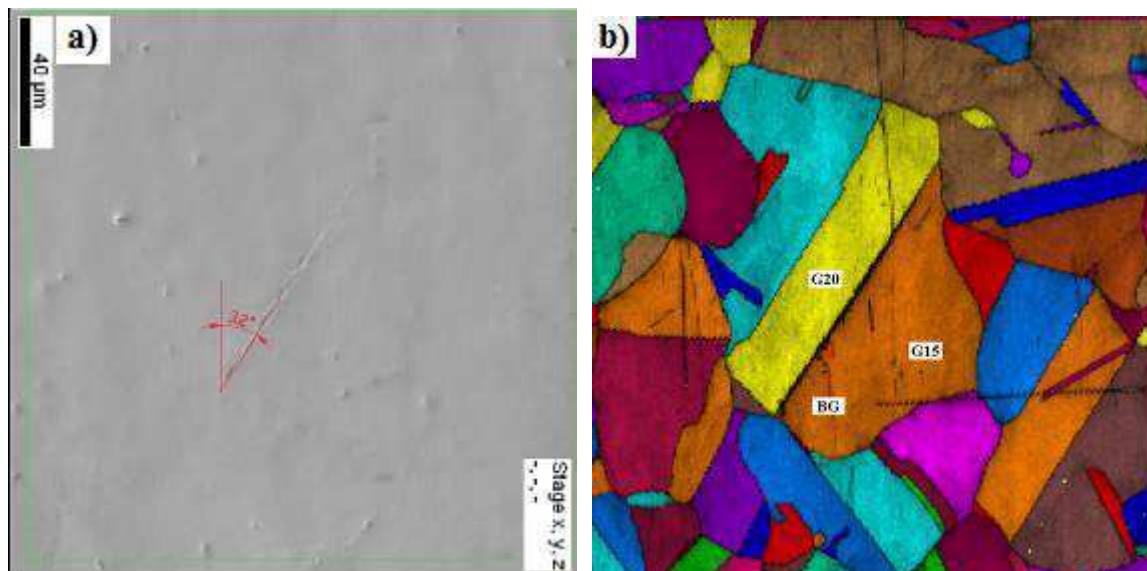


Figure VI.4.6 (a) Micrographie MEB d'une bande de glissement située sur un joint entre le grain G20/B et le grain G15/B

(b) Cartographie des agrégats – La bande de glissement (BG) apparaît en noir

En tenant compte de l’anisotropie cubique, le champ de contrainte le long du joint de grain entre G20/B et G15/B est calculé par simulation éléments finis. La figure VI.4.7 présente le champ de la contrainte de Von-Mises dans les 2 grains G20/B et G15/B où nous observons une concentration de contrainte au niveau du joint de grain. Les tenseurs des contraintes calculés au voisinage du joint présentent une composante 22 bien supérieure aux autres. Néanmoins certaines des autres composantes, comme la composante 23 du grain G20, ne sont pas négligeables devant σ_{22} montrant que l’état de contrainte au voisinage du joint est légèrement triaxial. Les profils de σ_{22} et de la contrainte Von-Mises le long de la normale au joint de grain sont montrés sur la figure VI.4.8. La contrainte σ_{22} et la contrainte Von-Mises au voisinage du joint dans le grain G15/B sont supérieures à celles dans le grain G20/B.

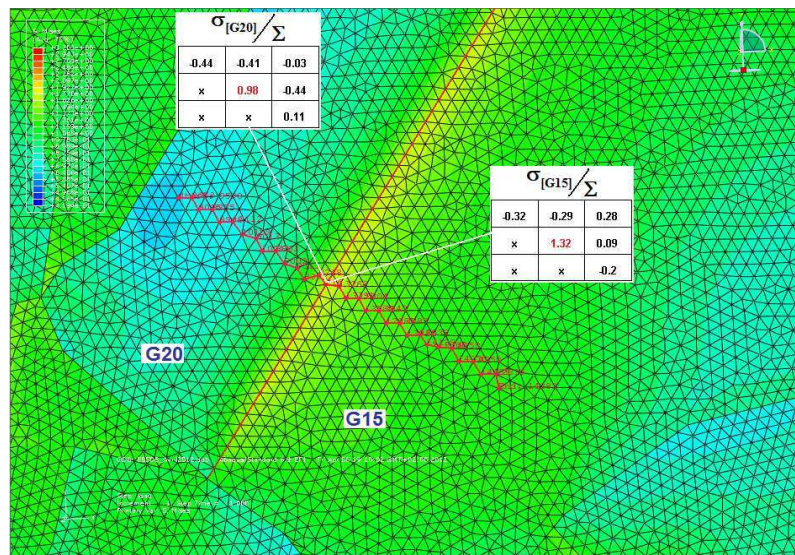


Figure VI.4.7 Distribution de la contrainte de Von Mises dans les 2 grains G20/B et G15/B

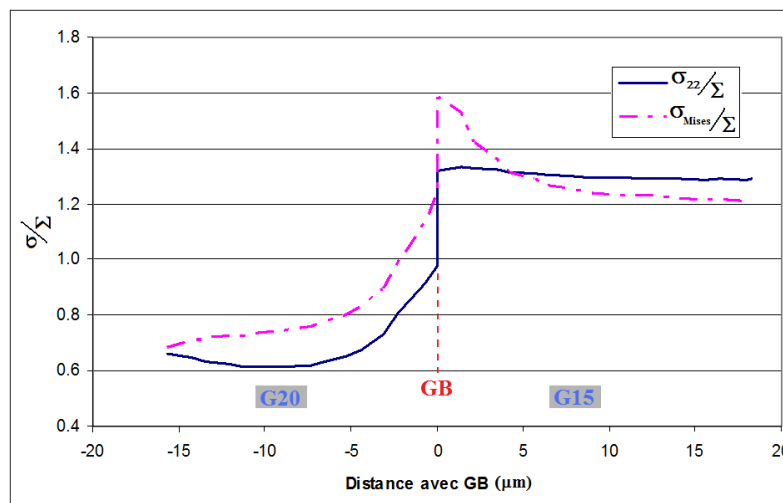


Figure VI.4.8 Contrainte σ_{22} et contrainte Von Mises normalisées le long de la normale au joint de grain entre les grains G20/B et G15/B

A partir des valeurs du champ de contrainte obtenues pour chaque grain, les cisssions résolues $|\tau/\Sigma|$ des 12 systèmes de glissement dans les 2 grains G20/B et G15/B au voisinage du joint de grain sont calculées et présentées sur la Figure VI.4.9. La cisssion résolue maximale est associée au système B4 du grain G20/B bien que la contrainte σ_{22} et la contrainte Von-Mises dans le grain G15/B soient plus grandes. Pour vérifier si ce système de glissement correspond bien à la bande observée expérimentalement, nous mesurons l'angle $\pi_{\text{réel}}$ expérimental et le comparons avec l'angle associé au plan de glissement B dans le grain G20/B. L'angle $\pi_{\text{réel}}$ est de 32° et l'angle π théorique du plan B dans le grain G20/B est de 31.8° (Tableau VI.4.1). Ce très bon accord confirme que la bande de glissement observée est due à l'activation du système de glissement B4 dans le grain G20/B. Dans le cas de l'hypothèse « élasticité isotrope », le système activé prédit est le système A6 dans le grain G20 associé à un angle π de 47.6° . Cet angle ne correspond pas l'expérience.

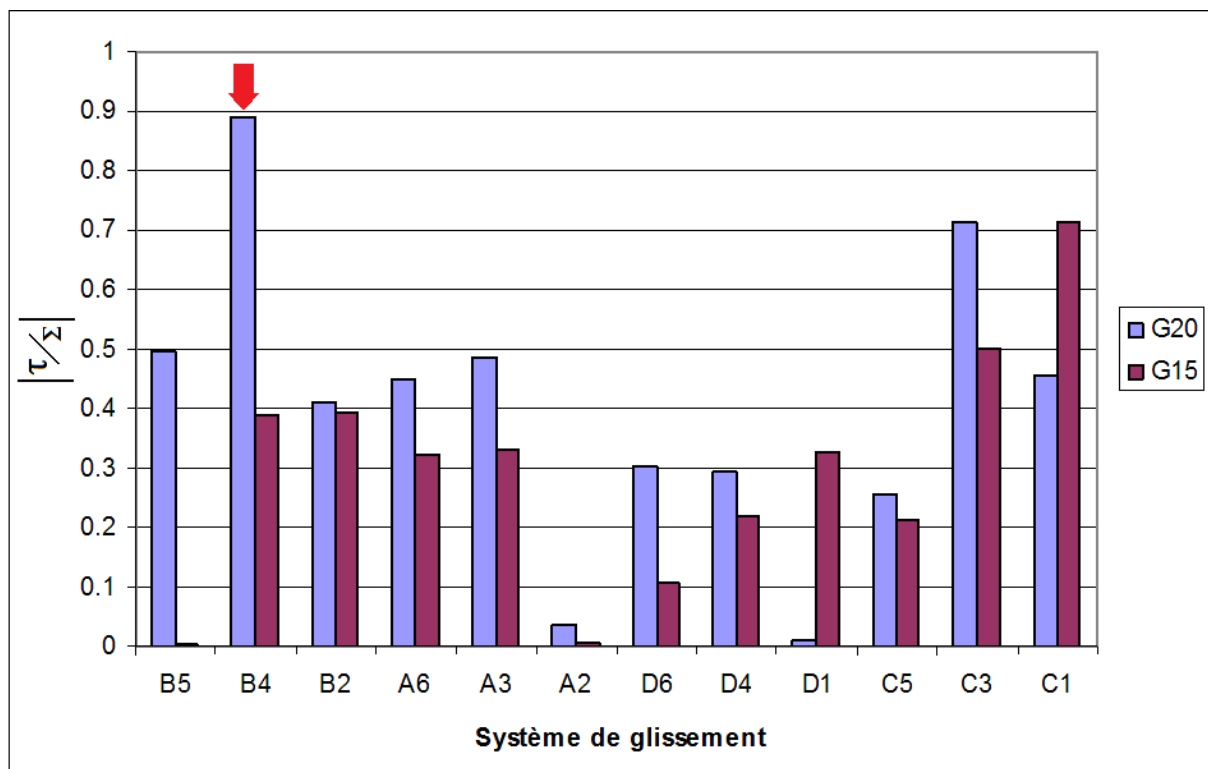


Figure VI.4.9 $|\tau/\Sigma|$ des 12 systèmes de glissement dans les 2 grains G20/B et G15/B

Par ailleurs, on constate que la désorientation entre les grains G20 et G15 est de 60° et que le plan de glissement activé dans le grain G20 (B) est un plan de glissement commun aux deux grains et qu'il s'agit du plan du joint de macle. Le grain G20 et le grain G15 sont ainsi matrice et macle et le plan de glissement est le plan du joint de macle. De manière cohérente avec les résultats obtenus dans le cas du bicristal, ce résultat montre que les joints de macle sont des plans de glissement privilégiés par rapport aux autres plans de glissement.

Les valeurs du facteur de Schmid, de l'angle π , du rapport $|\tau/\Sigma|$ et de l'angle β pour tous les systèmes du grain G20 sont présentés dans le Tableau VI.4.2 :

Tableau VI.4.2 Identification des systèmes de glissement activés dans le G20/B

| G20/B | $\pi_{\text{réel}} = 32^\circ$ - Joint de Macle - Désorientation du joint = 60° | | | | | | | | | | | |
|-----------------|--|--------------|--------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | B5 | B4 | Z2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R_{22} | 0.329 | 0.396 | 0.067 | 0.466 | 0.376 | 0.091 | 0.325 | 0.372 | 0.047 | 0.463 | 0.393 | 0.070 |
| π | 31.8° | 31.8° | 31.8° | 47.6° | 47.6° | 47.6° | 41.7° | 41.7° | 41.7° | 64.4° | 64.4° | 64.4° |
| $ \tau/\Sigma $ | 0.438 | 0.880 | 0.442 | 0.536 | 0.527 | 0.009 | 0.266 | 0.355 | 0.089 | 0.364 | 0.708 | 0.344 |
| β | 42.8° | 83.4° | 32.1° | 50.0° | 78.1° | 32.1° | 50.1° | 83.4° | 58.1° | 42.9° | 78.1° | 58.1° |
| Système activé | | ☑ | | | | | | | | | | |

La méthode qui vient d'être présentée a été utilisée pour identifier les systèmes de glissement actifs au niveau des 11 bandes observées dans les 4 zones étudiées. L'identification des systèmes de glissement activés dans les 11 grains plastifiés est donnée dans l'Annexe 1. La figure VI.4.10 présente une synthèse des résultats obtenus. La cission résolue maximale normalisée par la contrainte macroscopique, $|\tau_{\text{max}}/\Sigma|$, dans les 192 grains étudiés, a été calculée selon les deux hypothèses « élasticité isotrope » et « élasticité anisotrope ». Comme attendu, dans le cas « élasticité isotrope », les valeurs obtenues sont comprises entre 0 et 0.5. Dans le cas « élasticité anisotrope », les concentrations de contrainte et/ou la triaxialité des contraintes peuvent conduire à des valeurs supérieures à 0.5 et qui s'étendent jusqu'à 0.9. Les valeurs ont été découpées en intervalle de 0.02 sauf pour le premier intervalle qui rassemble les valeurs comprises entre 0 et 0.35. Nous avons compté le nombre de grains qui présentait un $|\tau_{\text{max}}/\Sigma|$ donné et reporté le nombre de grains en fonction

de la valeur de $|\tau_{\max}/\Sigma|$. Dans l'hypothèse « élasticité isotrope », les grains plastifiés présentent une cission résolue maximale élevée et comprise entre 0.44 et 0.5. Néanmoins, beaucoup de grains (115 grains) bien qu'ayant également une cission résolue maximale tel que $0.44 < |\tau_{\max}/\Sigma| < 0.5$ ne présentent aucune bande de glissement. Le critère de Schmid basé sur l'hypothèse d'élasticité isotrope n'est donc pas un critère assez discriminant pour prédire les grains plastifiés. Dans l'hypothèse « élasticité anisotrope », les 11 grains plastifiés présentent tous une cission résolue maximale élevée et telle que $0.78 < |\tau_{\max}/\Sigma| < 0.9$. Celle-ci est obtenue au niveau des joints de grain aux endroits où les bandes de glissement ont été observées. Par ailleurs, on constate qu'en plus de ces 11 grains, seulement 4 grains sans bande de glissement présentent une cission résolue maximale comprise entre 0.78 et 0.9. Ces résultats montrent que le critère de Schmid basé sur une hypothèse d'élasticité anisotrope permet de prédire à plus de 70% les grains plastifiés.

Comme précédemment indiqué, dans les 11 grains plastifiés, les bandes de glissement se situent sur ou très proches d'un joint de grain. La désorientation entre les deux grains séparés par le joint de grain est très élevée et varie de 58.5° à 60° . Parmi ces 11 grains, il y a 9 cas où le joint de grain est en fait un joint de macle. Dans ces 9 cas (G1/A ; G2/A ; G32/A ; G20/B ; G18/C ; G28/C ; G47/C ; G36/D et G10/D), le plan de glissement activé est un plan parallèle au plan du joint de macle. Pour le reste (G27/C et G8/D), le joint de grain n'est pas un joint de macle, bien que la désorientation entre les deux grains soit proche de 60° (Annexe 1). Ces résultats sont cohérents avec les calculs effectués sur les bicristaux. Ils montrent que le joint de macle est un site privilégié pour la plasticité : il induit de fortes concentrations de contraintes à cause de l'élasticité cristalline et est un plan qui peut glisser. Son énergie de surface est faible par rapport à un joint de grain quelconque. Dans le cuivre laminé à chaud étudié, un pourcentage important de 30% de macles a été constaté (voir Chapitre II).

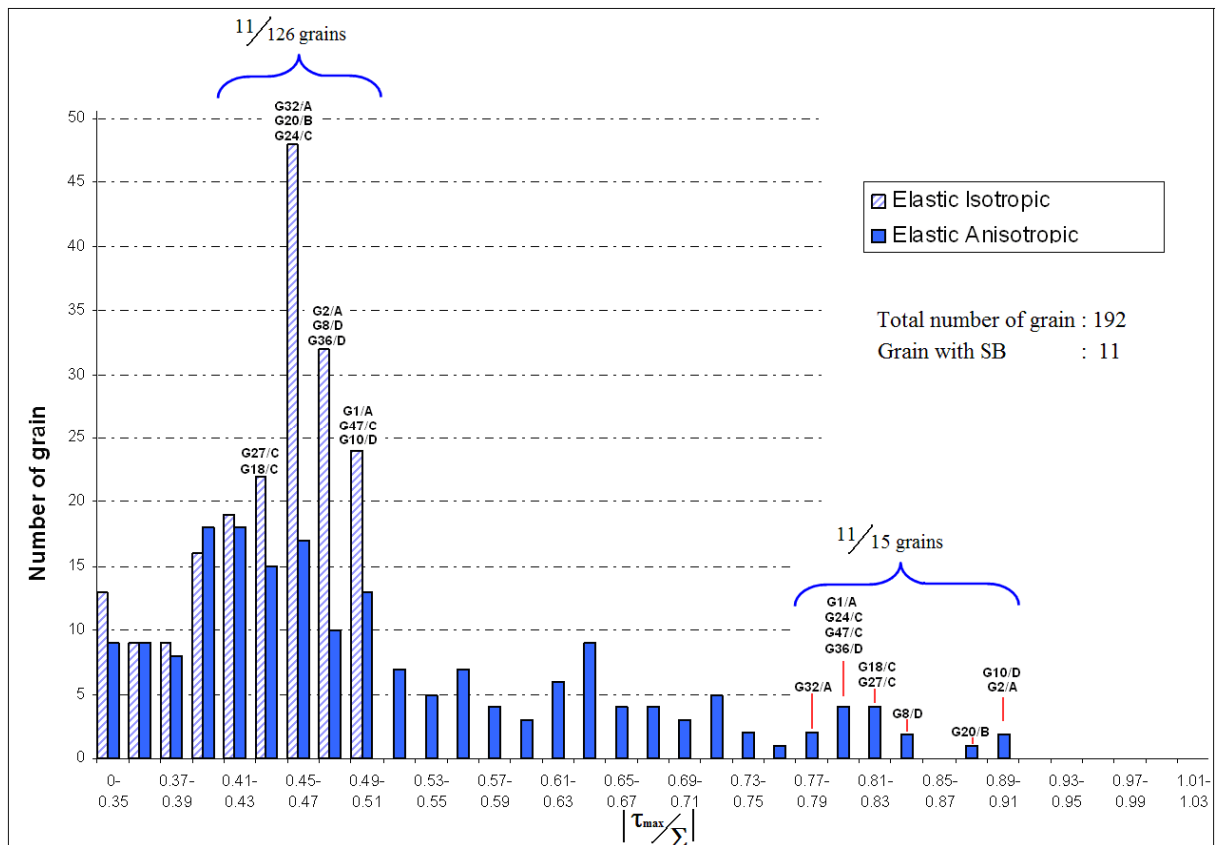


Figure VI.4.10 Cission résolue maximale normalisée par la contrainte macroscopique dans les 192 grains étudiés avec 11 grains plastifiés où des bandes de type II ont été observées $|\tau_{\max}/\Sigma|$ est calculée selon le critère « élastique isotrope » et « élastique anisotrope ».

VI.4.3.2 Localisation des bandes de glissement de type II au joint de grain :

On prend conscience les théories de singularités élastiques portant sur des bimatériaux émergents en surface. Mais la zone de concentration de contrainte autour le joint correspond bien à la taille de bandes de type II observée. Ailleurs, cette concentration de contrainte permet d'expliquer la localisation des bandes de type II au joint de grain.

Pour mieux comprendre pourquoi les bandes de type II restent isolées, l'évolution du rapport $|\tau_{\max}/\Sigma|$ avec la distance au joint de grain (GB) dans les 2 grains G20/B et G15/B est calculée et présentée sur la figure VI.4.11. Comme déjà évoquée, nous observons une cission résolue élevée au joint de grain expliquant l'activation du glissement à cet endroit. Quand on s'éloigne du joint de grain, $|\tau_{\max}/\Sigma|$ diminue rapidement. On comprend alors pourquoi les bandes de type II restent isolées au joint de grain. La cission résolue à une distance d'environ

4 μm n'est plus assez élevée pour faire glisser de nouveaux plans. L'augmentation de la plasticité au cours des cycles reste donc très localisée. La bande initiale augmente sa hauteur et sa largeur lentement au cours du cyclage comme illustrée sur la figure V.3.4.

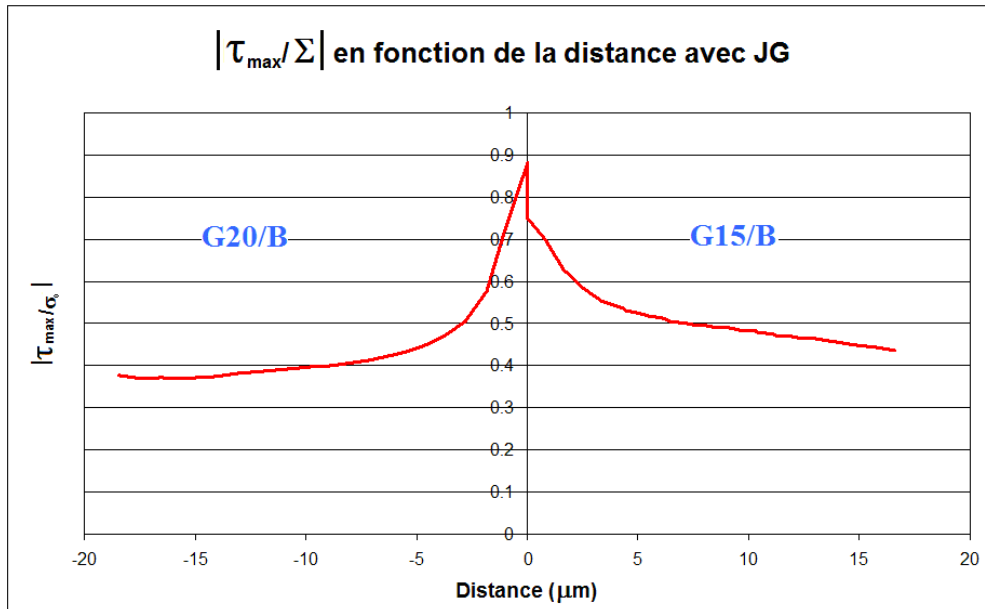
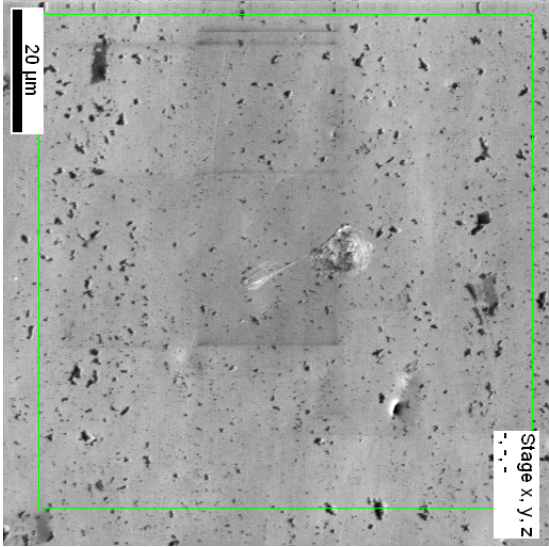


Figure VI.4.11 Evolution de $|\tau_{\max}/\Sigma|$ autour du joint dans les 2 grains G20/B et G15/B

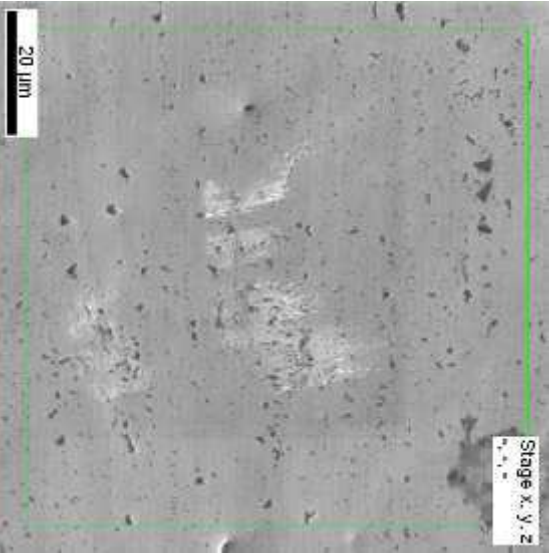
VI.4.4 Analyse des bandes de type III

De manière similaire à l'étude des bandes de type II, nous avons analysé la nature des systèmes de glissement activés dans les bandes de type III en lien avec le champ de contraintes. Trois zones (Z1, Z2 et Z3) prises au centre d'une éprouvette sollicitée à une amplitude de contrainte de 49.6 MPa jusqu'à 10^8 cycles ont été étudiées (Figure VI.4.13). Ce chargement se situe à proximité de la courbe S-N correspondant à l'apparition des premières bandes. L'ensemble des trois zones contient 204 grains et 11 bandes de type III. A partir des cartographies surfaciques d'orientation obtenues par EBSD, des représentations de la microstructure ont été produites et des calculs par éléments finis quasi-3D du champ de contraintes ont été effectués en considérant l'anisotropie élastique des grains de cuivre. La même procédure et les mêmes analyses que celles opérées pour les bandes de type II ont été réalisées. Ces trois zones sont situées au centre d'une éprouvette sollicitée à 49.6 MPa - 10^8 cycles.

Z1



Z2



Z3

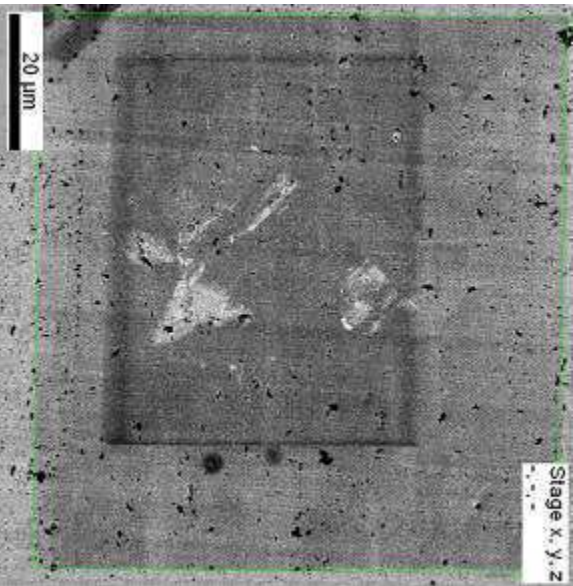
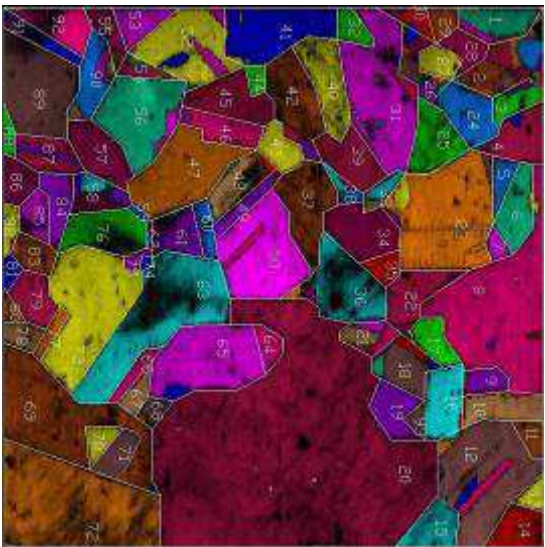


Figure VI.4.13 Cartographies EBSD des zones Z1, Z2 et Z3 étudiées pour l'analyse des bandes de type III.

Les observations au MEB ont montré que les bandes de type III sont fines et apparaissent en amas (plusieurs bandes fines parallèles). Elles semblent partir des joints de grain et s'étendent à l'intérieur du grain. Elles présentent plusieurs et souvent 2 directions de trace de glissement. La trace du (des) système(s) de glissement est soit parallèle (5 cas sur 11), soit non parallèle (6 cas sur 11) au joint de grain. L'Annexe II rapporte pour les 11 cas les valeurs du facteur de Schmid, du rapport de la cission résolue maximale sur la contrainte appliquée calculée en considérant l'anisotropie élastique, l'angle π ; l'angle β pour chaque système de glissement et la détermination du (des) système (s) de glissement. Par ailleurs, la désorientation entre les deux grains séparant les joints de grain près desquels des bandes ont été observées est donnée. La figure VI.4.17 présente le facteur de Schmid (critère « élasticité isotrope ») et le rapport de la cission maximale sur la contrainte appliquée $|\tau_{\max}/\Sigma|$ calculée dans le cas « élasticité anisotrope » pour les 204 grains et indique les grains dans lesquels des bandes de type III ont été observées.

L'ensemble des résultats montre que :

- Les bandes de type III sont accolées à un joint de grain et couvrent une partie du grain. Elles s'orientent de manière plus marquée dans une direction mais sont accompagnées d'autres bandes en général à plus faible relief dans une autre direction.
- Les bandes sont dans le voisinage de joints de grain séparant des grains avec une désorientation variant de 26.6° à 60° . Mais la plupart des cas correspond à un joint de désorientation élevée : dans 6 des 11 cas, la désorientation vaut 60° - il s'agit alors d'un joint de macle (G28/Z1 ; G29/Z1 ; G58/Z2 ; G48/Z3 ; G49/Z3 ; G63/Z3) ; dans 3 des 11 cas, la désorientation est inférieure à 60° mais supérieure à 45° ; dans les 2 derniers cas, la désorientation est supérieure à 26° (Annexe II).
- Comme pour les bandes de type II, les concentrations de contraintes liées aux incompatibilités de déformation élastique entre les grains favorisent le glissement près des joints de grain. Ces concentrations de contraintes sont d'autant plus élevées que la désorientation entre les grains est forte.

- En prenant l'hypothèse « élasticité isotrope », les grains plastifiés présentent une cission résolue maximale $|\tau_{\max}/\Sigma|$ dans une gamme de 0.37 à 0.5 où il y a 200 sur 204 grains qui appartient à cette gamme. Alors qu'avec l'hypothèse « élasticité anisotrope », elles présentent une cission résolue maximale $|\tau_{\max}/\Sigma|$ dans une gamme de 0.59 à 0.82 où il y a 39 sur 204 grains appartenant à cette gamme. Comme pour l'analyse des bandes de type II, le critère de Schmid basé sur une hypothèse d'élasticité anisotrope paraît plus pertinent que celui basé sur une hypothèse d'élasticité isotrope. Dans ce cas, le critère « élastique anisotrope » permet de prédire de 30% des grains plastifiés dans le cas des bandes de type III.
- Le critère du facteur de Schmid maximal est vérifié pour 7 bandes sur 11. Si on prend maintenant en compte l'anisotropie élastique, dans les 11 cas, la cission résolue maximale $|\tau_{\max}/\Sigma|$ correspond au système de glissement dont la trace est la plus nette. Nous appellerons ce système, système primaire. Le critère de la cission résolue maximale est donc vérifié dans les 11 cas observés.
- Comme déjà indiqué, l'analyse des traces montre que, dans le grain, les traces bien marquées correspondent au glissement d'un système primaire pour lequel $|\tau/\Sigma|$ est maximal. La détermination du (des) système(s) secondaire(s) n'a été possible que pour 7 grains parmi les 11 grains plastifiés. Dans ces 7 cas, nous observons que les traces bien marquées correspondent au système de glissement primaire et les traces moins nettes correspondent au système dévié du système primaire (Annexe II). Le système dévié présente une cission résolue 60% plus faible que la cission résolue du système primaire.

La difficulté de détermination du système secondaire vient du fait que, contrairement au système primaire qui glisse sur une large zone du grain, le système secondaire n'apparaît qu'en certains endroits. (Figure VI.4.14).

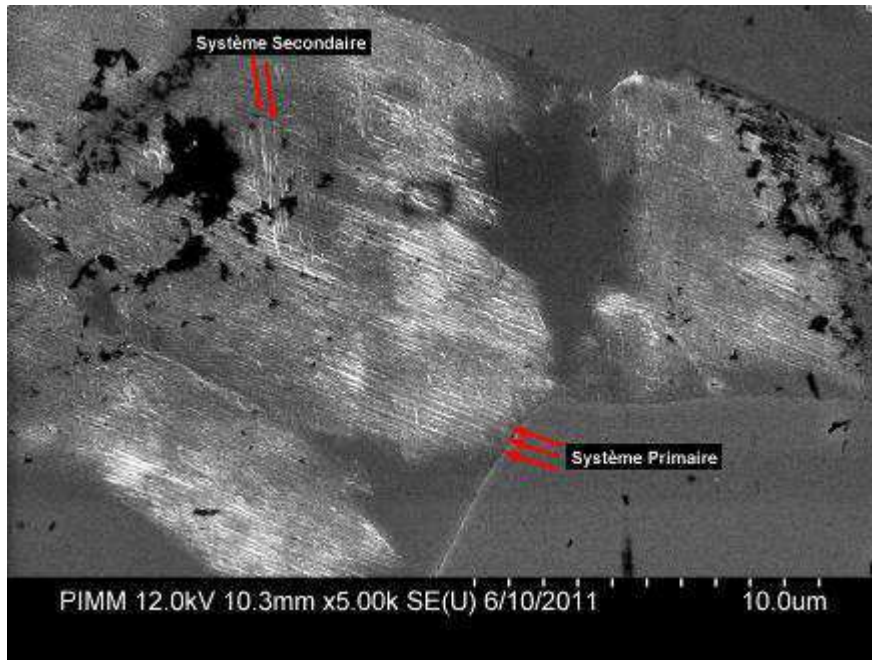
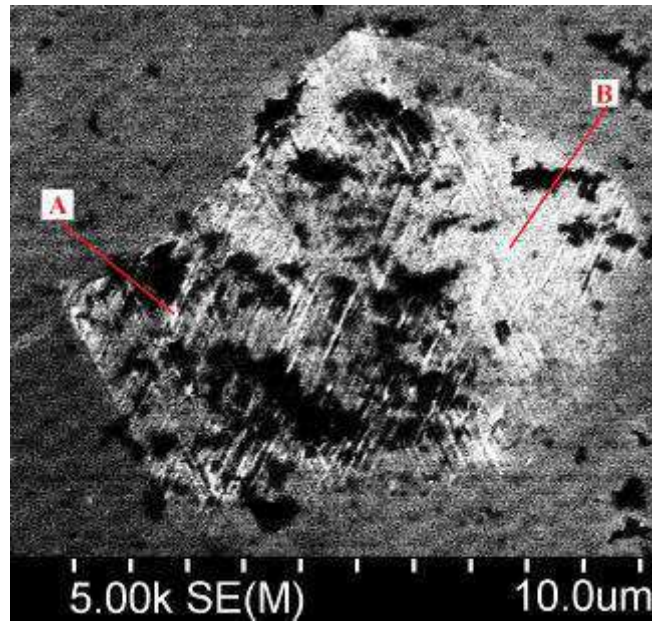


Figure VI.4.14 Illustration de la présence d'un système secondaire actif seulement en certain endroits du grain

De la même manière, la figure VI.4.15 présente une image MEB des bandes de glissement de type III avec une ou deux traces de glissement selon l'emplacement dans le grain G20/Z1 en (a) et la distribution de contrainte équivalente de Von-Mises en (b). La contrainte Von-Mises est plus élevée dans la zone autour du point (A) que dans la zone autour du point (B). Au point (A), le système activé correspond à un angle $\pi_{\text{réel}} = 28^\circ$. Le système activé est « A2 », déterminé par le calcul de la cission résolue maximale en tenant compte du tenseur des contraintes au point A (Tableau VI.4.2). La cission résolue du système « A2 » en ce point est de 0.82, elle est beaucoup plus grande que celles des autres systèmes. En conséquence, dans la zone autour, les traces d'angle $\pi = 28^\circ$ qui prédominent sont celles du système A2. Au point (B), on observe 2 systèmes de glissement avec des angles $\pi_{\text{réel}} = 28^\circ$ et $\pi_{\text{réel}} = 24^\circ$ correspondant relativement au système primaire « A6 » et à son système dévié « D6 » (Tableau VI.4.3). Les cissions résolues des 2 systèmes sont assez proches et assez élevées pour qu'elles puissent entraîner le glissement plastique.

a)



b)

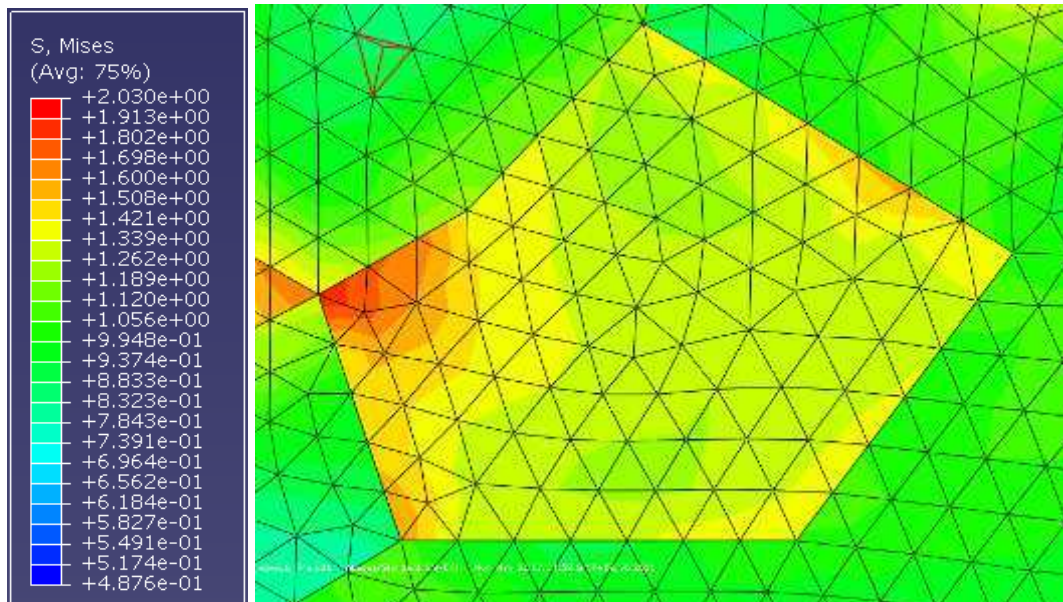


Figure VI.4.15 Bandes de type III dans le grain G20/Z1 avec l'activation d'un seul système primaire, le système « A2 » au point (A) et d'un système primaire « A6 » et de son système dévié « D6 » au point (B)

(a) Image sur MEB ;

(b) Distribution de la contrainte équivalente de Von-Mises dans le grain

**Tableau VI.4.2 Identification des systèmes de glissement activés
au point (A) dans le grain G20/Z1**

| G20/Z1 | Point (A) $\pi_{\text{réel}} = 28^\circ$ | | | | | | | | | | | |
|-----------------|--|-------|-------|--------------|--------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R_{22} | -0.01 | -0.16 | -0.15 | -0.32 | 0.05 | 0.37 | -0.25 | 0.31 | 0.06 | 0.06 | 0.11 | 0.17 |
| π | 57.0° | 57.0° | 57.0° | 28.6° | 28.6° | 28.6° | 24.1° | 24.1° | 24.1° | 85.5° | 85.5° | 85.5° |
| β | 83.8° | 83.9° | 77.7° | 46.3° | 25.2° | 77.7° | 46.3° | 83.9° | 37.1° | 83.8° | 25.2° | 37.1° |
| $ \tau/\Sigma $ | 0.11 | -0.15 | -0.27 | -0.58 | 0.24 | 0.82 | -0.41 | 0.54 | 0.13 | 0.28 | 0.14 | 0.42 |
| Système activé | | | | | | ☑ | | | | | | |

**Tableau VI.4.3 Identification des systèmes de glissement activés
au point (B) dans le grain G20/Z1**

| G20/Z1 | Point (B) $\pi_{\text{réel}} = 28^\circ$ et $\pi_{\text{réel}} = 24^\circ$ | | | | | | | | | | | |
|-----------------|--|-------|-------|--------------|--------------|--------------|--------------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R_{22} | -0.01 | -0.16 | -0.15 | -0.32 | 0.05 | 0.37 | -0.25 | 0.31 | 0.06 | 0.06 | 0.11 | 0.17 |
| π | 57.0° | 57.0° | 57.0° | 28.6° | 28.6° | 28.6° | 24.1° | 24.1° | 24.1° | 85.5° | 85.5° | 85.5° |
| β | 83.8° | 83.9° | 77.7° | 46.3° | 25.2° | 77.7° | 46.3° | 83.9° | 37.1° | 83.8° | 25.2° | 37.1° |
| $ \tau/\Sigma $ | 0.02 | -0.29 | -0.31 | -0.60 | 0.00 | 0.58 | -0.55 | 0.53 | -0.02 | 0.05 | 0.24 | 0.29 |
| Système activé | | | | ☑ | | | ☑ | | | | | |

Enfin, la figure VI.4.16 présente les bandes de glissement dans le grain G28/Z2. Une large zone de la surface du grain est occupée par des bandes de type III d'angle π de 80°. Le calcul de cission résolue en tenant compte du tenseur des contraintes locales montre que le système actif est le système D1 associé à un angle $\pi_{D1} = 79.9^\circ$, là encore, en bon accord avec l'expérience. Le système actif primaire est donc clairement identifié. Un grossissement de 15 000 d'une zone révèle la présence de traces de glissement d'un système secondaire à un angle π égal à 5.8° (figure VI.4.16.b). Le système actif correspondant à cet angle π est le système « C1 » qui est le système dévié du système primaire « D1 » (Tableau VI.4.4). Ces résultats prouvent que l'activation des systèmes de glissement des bandes de type III dépend du tenseur des contraintes locales. L'activation de deux systèmes de glissement dans les bandes de type III correspond à l'activation du système primaire et de son système dévié.

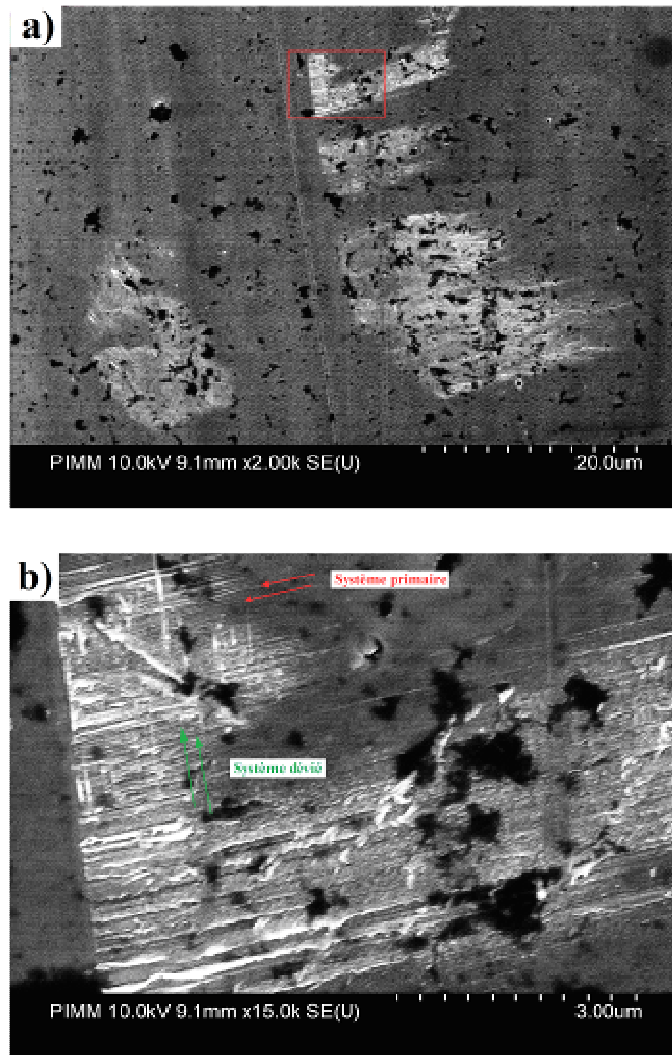


Figure VI.4.16 Bandes de type III dans le grain G28/Z2

(a) système primaire correspondant à $\pi = 80^\circ$

(b) grossissement de 15 000 qui révèle la présence du système dévié correspondant à $\pi = 5.8^\circ$

Tableau VI.4.4 Identification des systèmes de glissement activés dans le grain G28/Z2

| G28Z2 | 80° et 5.8° | | | | | | | | | | | |
|-----------------|-------------|-------|-------|-------|-------|-------|--------------|--------------|--------------|-------------|-------------|-------------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R_{22} | -0.36 | 0.00 | 0.36 | 0.05 | 0.08 | 0.03 | 0.43 | 0.00 | 0.43 | 0.03 | -0.07 | -0.04 |
| π | 84.4° | 84.4° | 84.4° | 4.8° | 4.8° | 4.8° | 79.9° | 79.9° | 79.9° | 6.2° | 6.2° | 6.2° |
| β | 48.9° | 79.0° | 32.0° | 44.1° | 82.6° | 32.0° | 44.1° | 79.0° | 58.1° | 48.9° | 82.6° | 58.1° |
| $ \tau/\Sigma $ | -0.34 | 0.12 | 0.46 | 0.40 | 0.28 | -0.12 | 0.56 | 0.06 | 0.62 | -0.18 | -0.10 | -0.28 |
| Système activé | | | | | | | | | ☑ | | | ☑ |

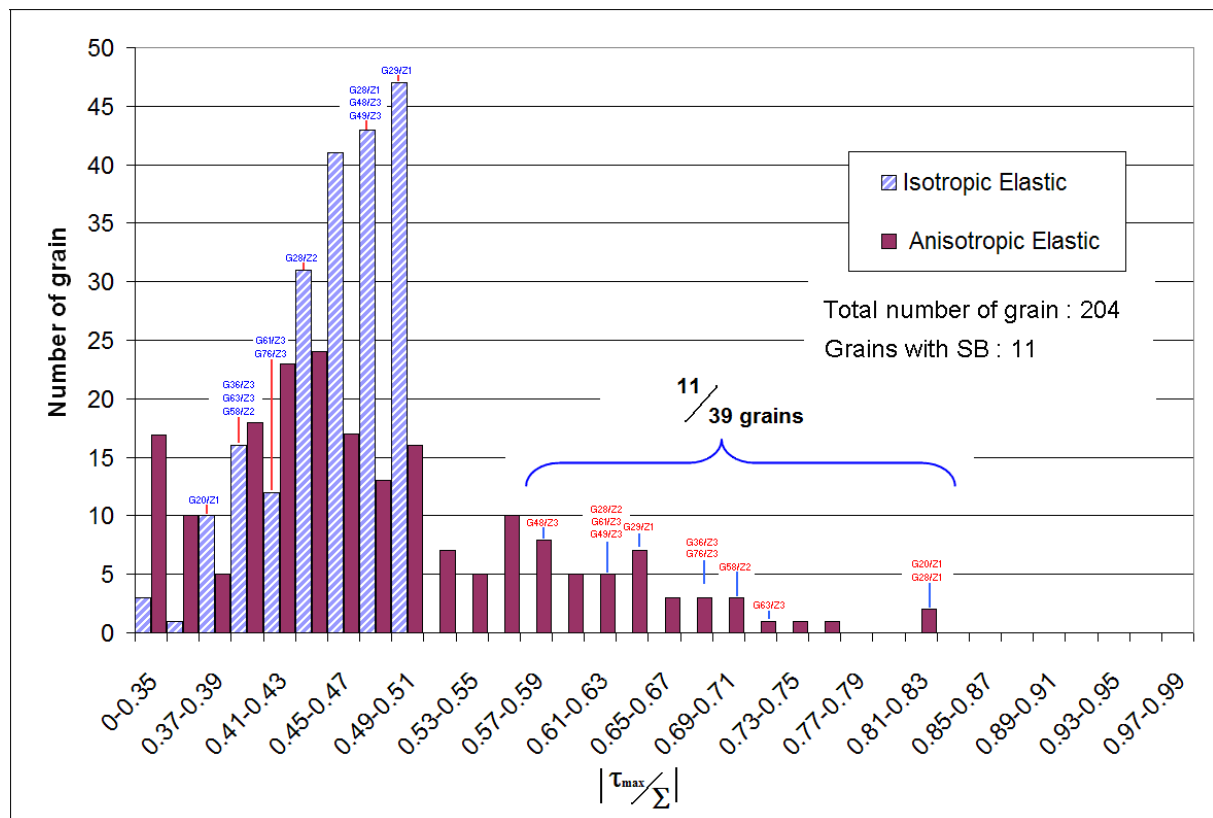


Figure VI.4.17 Cission résolue maximale normalisée par la contrainte macroscopique dans les 204 grains étudiés avec 11 grains plastifiés où les bandes de type III ont été observées

La cission résolue maximale est calculée

selon le critère « élastique isotrope » et « élastique anisotrope »

VI.4.5 Discussion : Critères d'apparition et mécanismes de formation des bandes de types II et III

En fatigue à grand nombre de cycles, l'amorçage de fissures dans les polycristaux métalliques à haute pureté se produit le long des PSB qui traversent les grains (appelées bandes de type I dans ce manuscrit). Elles apparaissent dans les grains favorablement orientés pour le glissement plastique et sont généralement parallèles à une seule direction indiquant qu'un système primaire actif prédomine. L'analyse des facteurs de Schmid (calculés en supposant une contrainte uniforme dans le polycristal) permet de prédire ce système primaire dans un grand nombre de cas [Blochwitz 96] ; [El Bartali 08]. Dans notre étude, nous avons montré que les bandes de type II et III correspondent à une cission résolue maximale. Néanmoins, le critère « élastique isotrope » n'est pas assez discriminant pour prédire les

grains plastifiés puisque qu'un grand nombre de grains, tout en présentant des facteurs de Schmid maximaux, ne dévoilent aucune bande de glissement. Par ailleurs, de manière évidente, il ne peut pas prédire une apparition préférentielle des bandes de glissement de types II et III près des joints de grain puisque les contraintes sont supposées homogènes. Aux faibles niveaux d'amplitude de contrainte lorsque la déformation est localisée dans quelques bandes ou amas de bandes, la prise en compte des hétérogénéités de contraintes locales liées à l'anisotropie élastique est indispensable pour comprendre l'endroit et la nature des systèmes activés.

VI.4.5.1 Bandes de type II

Les bandes de types II se situent à proximité des joints de grain séparant des grains de désorientation supérieure à 58° . Le cas extrême est associé au joint de macle pour lequel la désorientation entre la macle et la matrice atteint la valeur de 60° . Neumann et Tönnessen en 1988 avaient déjà constaté qu'à faible amplitude de contrainte, les PSB ne se formaient pas à l'intérieur des grains mais le long des joints de macles [Neumann 88]. Ces résultats ont également été observés par Peralta et al [Peralta 99] sur des bicristaux présentant différentes désorientations. Ainsi, pour les faibles amplitudes telles que celles associées aux bandes de types II, il n'y a pas de glissement plastique à l'intérieur du grain mais seulement aux joints de certaines macles lorsque celles-ci sont orientées dans des directions proches de 45° de la direction de traction-compression. Deux raisons expliquent ce résultat (1) la présence de fortes concentrations de contraintes conséquentes de l'anisotropie élastique et (2) le fait que le plan du joint de macle est un plan de glissement commun aux deux grains. Le rôle clé des joints de grains fortement désorientés, des joints de macle et des jonctions triples a été plus étudié sur l'amorçage de fissures que sur l'amorçage de la plasticité (Thompson, Wadsworth & Loaut [Thompson 56] ; Neumann & Tonnessen [Neumann 88] et voir la synthèse de Pineau et Antolovitch, [Pineau 01]). Il est cependant clair que les deux phénomènes sont liés. La présence prononcée des bandes de type I, masquant les bandes de type II plus isolées, est sans doute à l'origine de ce désintérêt. Les essais de fatigue par technique ultrasoniques (à très haute fréquence) semblent dilater l'échelle des nombres de cycles et ainsi facilitent l'observation des phénomènes de microplasticité. Très récemment, Man et al [Man 12] ont mis en évidence la présence d'une PSB avec des structures de dislocations en échelle

adjacente à un joint de macle dans un polycristal de nickel (dont le comportement est similaire à celui du cuivre) sollicité en fatigue dans le régime HCF.

Comme déjà indiqué, l'amorçage de la plasticité dans ces zones est lié d'une part à de fortes concentrations de contraintes d'origine élasticité anisotrope et qui sont maximales au niveau du joint et d'autre part à la présence de systèmes de glissement bien orientés dont le plan de macle qui se situe exactement au niveau du joint où les contraintes sont les plus élevées. L'application du critère de Schmid basé sur le calcul des contraintes locales intégrant l'orientation et le voisinage des grains (au moins en surface à l'aide d'un calcul quasi 3D) permet de prédire le lieu et la nature des systèmes de glissement activés dans le cas des bandes de type II. Pour une amplitude de contrainte appliquée de 56 MPa à 10^7 cycles, la majorité des bandes de glissement observées sont de type II. En prenant l'hypothèse « élastique anisotrope » (Figure. VI.4.10), le critère dégagé s'écrit :

$$|\tau_{\max}/\Sigma| > 0.78 \quad (\text{VI-13})$$

On en déduit une valeur de τ_{\max} minimale égale à 43.7 MPa. Notons que le seuil que nous obtenons est supérieur au seuil de $\tau_s = 28\text{-}32 \text{ MPa} / \Delta\varepsilon_{\text{pl}}/2 = 2.5 \times 10^{-5}$ classiquement donné dans la littérature pour l'apparition des PSB dans le cas des monocristaux de cuivre à basse fréquence (de 0.15 Hz [Mughrabi 77]). Cette valeur correspond à la contrainte de saturation de la courbe d'érouissage cyclique du monocristal, plateau de saturation associé lui-même au développement des PSB présentant des structures en échelle (qui correspondent aux bandes de type I dans ce manuscrit). A notre connaissance, aucun essai de fatigue sur machine ultrasonique à une fréquence de ~ 20 kHz n'a été réalisé sur des monocristaux de cuivre. En revanche, dans le cas des polycristaux, Stanzl-Tschegg et al (2007, 2009) ont montré que l'amplitude de contrainte nécessaire pour former les premières bandes de glissement à un nombre de cycles de 2×10^6 cycles et à une fréquence de 19 kHz (machine ultrasonique) est égale à 63 MPa. Les mêmes auteurs ont montré qu'elle n'est que de 57 MPa à 20 Hz (machine servo-hydraulique). Ce résultat révèle un effet de la fréquence supposé être due à un effet de vitesse de déformation par Stanzl-Tschegg (2007, 2009). Nos résultats sur les courbes S-N (voir chapitre IV) ont également mis en évidence un effet de fréquence : pour un même nombre de cycle, la contrainte à rupture est plus élevée à 20 kHz qu'à 20 Hz ; pour une même amplitude de contrainte, le nombre de cycles à rupture est très largement supérieur à 20 kHz. Ces résultats montrent que les phénomènes conduisant à la rupture se produisent

plus « rapidement » en nombre de cycles à basse qu'à haute fréquence. Qu'en est-il de l'amorçage et du développement de la plasticité ? Un plus grand nombre de cycle semble nécessaire à haute fréquence pour faire apparaître les traces de plasticité. Des études supplémentaires pour bien comprendre cet effet de fréquence sont nécessaires et sont l'objet de la thèse de Nicolas Marti. Les résultats précédents montrent la difficulté de dégager un seuil d'apparition des bandes. Dans la littérature, de nombreuses valeurs de seuil de PSB sont indiqués. Les différences proviennent d'une part si les tests ont été effectués sur des monocristaux ou des polycristaux, de l'orientation du monocristal par rapport à la direction de chargement, de la taille de grain dans les polycristaux, du mode de chargement (en contrainte ou déformation plastique imposée) mais aussi, de la fréquence et du nombre de cycles.

Le passage d'un seuil « en amplitude de contrainte » à un seuil « en cisssion » est délicat également car il faut être très prudent sur le passage « polycristal » à « monocristal ». Une valeur précise ne peut être obtenue à l'aide d'un calcul quasi-3D. Néanmoins, en observant la formation des premières bandes de glissement en fatigue ultrasonique, une cisssion minimum semble requise pour former les bandes de type II puisqu'aux amplitudes de contrainte suffisamment faibles, les bandes de type II ne sont plus observées, à moins que cela ne dépende que du nombre de cycles.

L'analyse des champs de contraintes montre que celles-ci se concentrent en certains joints de grain/macle et diminuent fortement dès qu'on s'éloigne du joint de grain. La présence d'une cisssion minimale requise couplée à cette forte décroissance des contraintes peut expliquer la formation des bandes de type II isolées aux joints et l'absence des bandes de type I à l'intérieur des grains aux faibles amplitudes de contrainte. Dans les zones affectées par les joints de grain, le chargement est complexe, plusieurs systèmes de glissement peuvent s'activer [Peralta 99]. Des études expérimentales [Li et Laird, 1994a et 1994b] ; [Peralta 99] et des simulations par DDD ont permis de mettre en avant le rôle clé du système dévié dans la localisation de la déformation plastique. En particulier, Déprés et al [Déprés 04] ont montré qu'un système dévié présentant une cisssion résolue 3 fois plus faible que celle du système primaire peut s'activer à cause des concentrations de contraintes créées par l'empilement des dislocations aux joints de grain. La cisssion critique pour activer le glissement dévié est estimée autour de 30 MPa [Bonneville 79]. On peut remarquer qu'elle est du même ordre de grandeur que le seuil des PSB pour les monocristaux de cuivre. Dans notre cas, les calculs par

éléments finis donnent un rapport de la cission résolue du système dévié sur celle du système primaire supérieure à 0.3 dans 7 cas sur 11. Le système dévié pouvait donc s'activer suite à des empilements de dislocations aux joints de grain expliquant le glissement intense des bandes de type II. On rappelle en effet que la hauteur des bandes de glissement peut dépasser 1 μm et devenir supérieure à celle des bandes de type I. Il est donc fort probable que les bandes de type II contiennent des structures de dislocations en échelle, typique des PSB, capables d'accommoder une large quantité de déformation plastique tout en minimisant l'énergie stockée [Déprés 04]. Des observations en microscopie électronique à transmission permettraient de vérifier cette hypothèse.

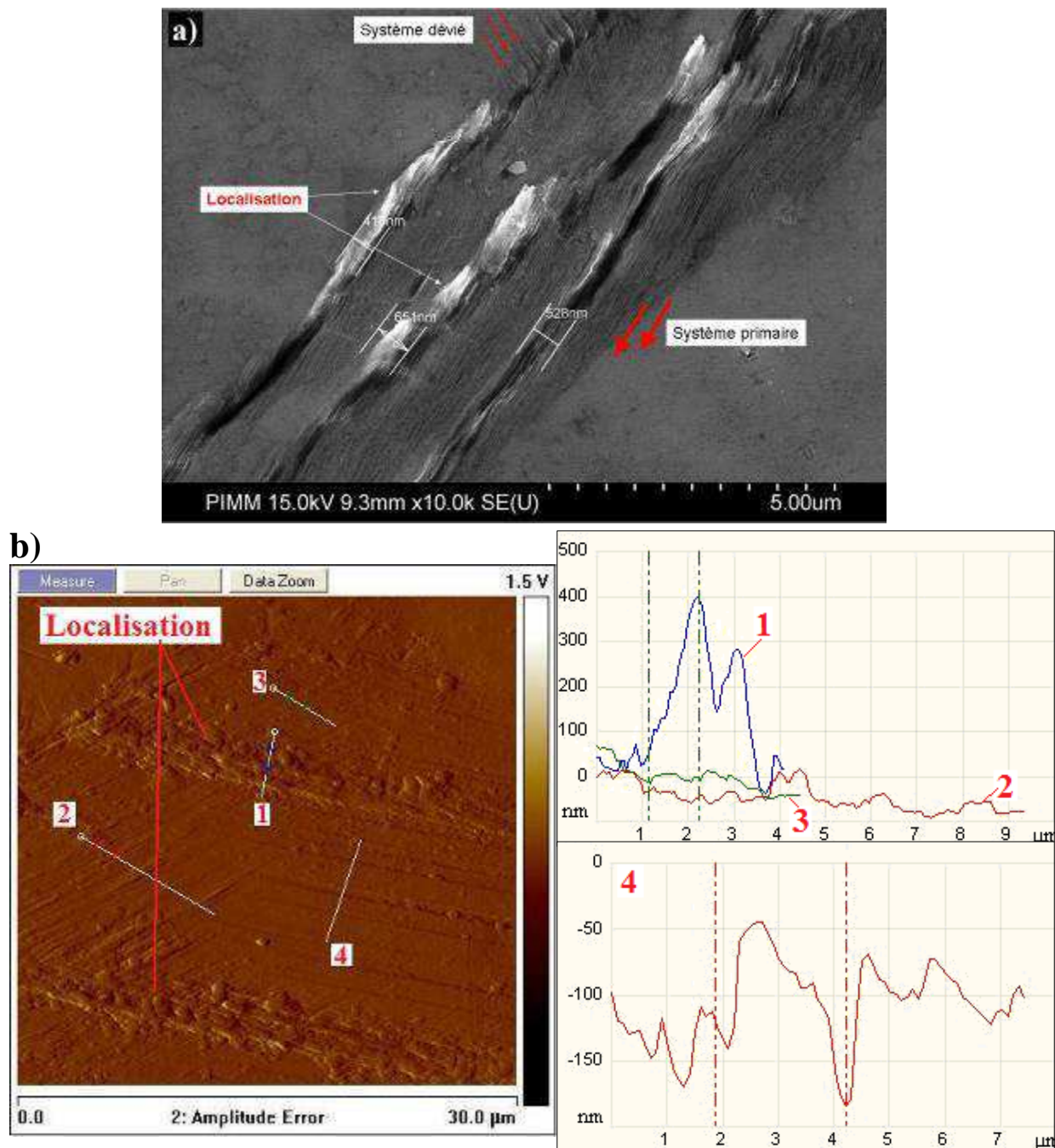
VI.4.5.2 Bandes de type III

Comme les bandes de type II, les bandes de type III sont situées à proximité des joints de grain de forte désorientation mais également des jonctions triples car ces zones présentent les plus fortes concentrations de contrainte. Leur morphologie est cependant très différente de celle des bandes de type II. Elles apparaissent en amas de bandes parallèles. Leur hauteur, au moment de leur apparition, est inférieure à 20 nm et est relativement uniforme sur l'amas. Leur structure en bandes parallèles fait ainsi penser à un glissement planaire. Deux directions de bandes sont généralement présentes : un glissement primaire dominant et le glissement dévié associé. Le système primaire correspond au système présentant la cission résolue maximale. La valeur de cette dernière est plus étalée que dans le cas des bandes de type II. Dans la simulation, pour une amplitude de contrainte appliquée de 49.6 MPa, la cission résolue maximale varie entre 0.59 et 0.83 fois la contrainte appliquée. En conséquence, la cission résolue maximale est entre 29.3 MPa à 41.2 MPa. En supposant que les zones observées pour analyser les bandes de types II et III soient représentatives, on trouve que les valeurs de cission résolue maximale sont plus faibles que celles nécessaires pour former les bandes de type II (> 43.7 MPa déterminé précédant (voir VI.2.3.1)). La cission résolue maximale la plus faible (29.3 MPa) est très proche du seuil de glissement dévié estimée autour de 30 MPa [Bonneville 79]. Peut-on considérer cette valeur comme un véritable « seuil » d'apparition des bandes de glissement à la surface ? Dit autrement, si cette valeur n'est pas atteinte localement dans le polycristal, on ne devrait pas observer de traces de plasticité à la surface quelque soit le nombre de cycles. Dans l'ensemble des simulations composées au total de 396 grains réalisé dans ce travail, nous avons constaté que la cission

résolue maximale τ_{\max} locale, à proximité des joints de grain/macle, peut atteindre 0.9 fois de la contrainte appliquée Σ . Le nombre de grains présentant cette situation est cependant très faible puisque seuls deux grains sur les 396 grains analysés possèdent une $|\tau_{\max}/\Sigma|$ supérieur à 0.9. Dans la littérature, Stanzl-Tschegg et al (2007 ; 2009) ont observé une et une seule bande de glissement sur une éprouvette de cuivre sollicitée à une amplitude de contrainte de 34 MPa à 1.3×10^{10} cycles. Ils ont donc proposé cette valeur comme « seuil d'irréversibilité » (pour du glissement) du cuivre. En supposant, que dans le polycristal étudié, il y ait un site où $|\tau_{\max}/\Sigma|$ est égal à 0.9., la cission résolue maximale dans ce cas est égale à 30.6 MPa. On retrouve donc une valeur très proche de la contrainte critique associé au glissement dévié. L'ensemble des résultats suggère donc que le seuil du glissement dévié de $\tau \sim 30$ MPa dans le cas du cuivre est le seuil d'apparition des traces de glissement à la surface, que l'on peut donc encore appelé, seuil d' « irréversibilité » au sens du glissement mais pas au sens thermodynamique (voir chapitre VII).

En ce qui concerne le système dévié, nos calculs montrent que 8 cas sur 11 présentent un rapport « cission résolue du système dévié sur cission résolue du système primaire » supérieur à 0.3. Une analyse plus détaillée montre que dans 4 cas (G20/Z1, G58/Z2, G36/Z3 et G63/Z3), les cissions résolues des systèmes primaires et déviés ont des valeurs proches, ce qui laisse penser que les deux systèmes se sont activés en même temps (glissement double). Ce résultat est en bon accord avec nos expériences puisqu'on observe deux directions de glissement qui se croisent dans la grande partie de l'amas de bandes de glissement (Figure VI.4.14). Dans 2 cas (G29Z1, G28Z2) le système primaire présente une valeur de cission résolue plus nettement supérieure à celles des autres systèmes et le système dévié à une cission résolue environ deux fois plus faible. D'autres systèmes ont une cission résolue intermédiaire. Nos observations ne révèlent pas la présence de glissement de ces systèmes mais clairement la présence dominante des traces du système primaire et de manière très floue et localisée en certains endroits, celle du système dévié (Figure VI.4.15). Cela suggère que l'activation du système dévié s'est effectuée suite à l'activation du système primaire. Ceci est confirmé par la figure VI.4.18 déjà présentée au chapitre précédent qui révèle la présence de traces du système dévié à l'extrémité des bandes du système primaire pour un nombre de cycle supérieur à celui correspondant à l'apparition des premières bandes. La zone d'activation du système dévié correspond à la zone de localisation de la déformation caractérisée par la présence d'une bande plus prononcée. La localisation a formé des bandes

de glissement au relief plus important et de plus de 400 nm de large. Des mesures de hauteur d'une autre zone présentant de la localisation dans les bandes de type III ont été réalisées par AFM (Figure VI.4.18 (b)). Le relief des bandes à l'endroit de localisation est de 400 nm (profil 1). Ces bandes ont la même direction que celle des traces du système primaire (profil 4) qui ont elles-mêmes un relief plus important que celles du système secondaire (profil 2 et profil 3).



La présence de bandes fines et droites en fatigue est rarement mentionnée dans la littérature probablement car leurs conditions d'apparition sont particulières. En régime VHCF, Stanzl-Tchegg et al (2007) ont observé des amas de bandes fines, parallèles entre elles, s'initiant au voisinage des joints de grain. La distance entre bandes est comprise entre 0.1 et 0.5 μm et est donc similaire à celle mesurée pour les bandes de type III. Ces bandes ont été observées après sollicitation à une amplitude de contrainte de 62.6 MPa - 2.10^6 cycles (Figure VI.4.19 (a)) et 2.10^8 cycles (Figure VI.4.19 (b)). D'autres bandes espacées d'une distance identique et d'une hauteur de 14 nm ont été observées par les mêmes auteurs à une amplitude de contrainte de 45 MPa et 1.05×10^{10} cycles (voir Figure V.3.14). Ces bandes ont, là encore, des caractéristiques des bandes de type III. Des mesures de profil de hauteur de ces bandes réalisées par AFM (Stanzl-Tchegg, 2007) ont révélé qu'au cours du cyclage, ces bandes deviennent non seulement plus longues et plus larges mais aussi plus hautes. Par ailleurs, elles ont montré que les bandes devenaient de plus en plus structurées avec des pics de hauteur plus nets. Ces résultats sont qualitativement en bon accord avec nos observations bien que nous n'ayons pas fait d'analyse approfondie sur l'évolution du profil des bandes de type III.

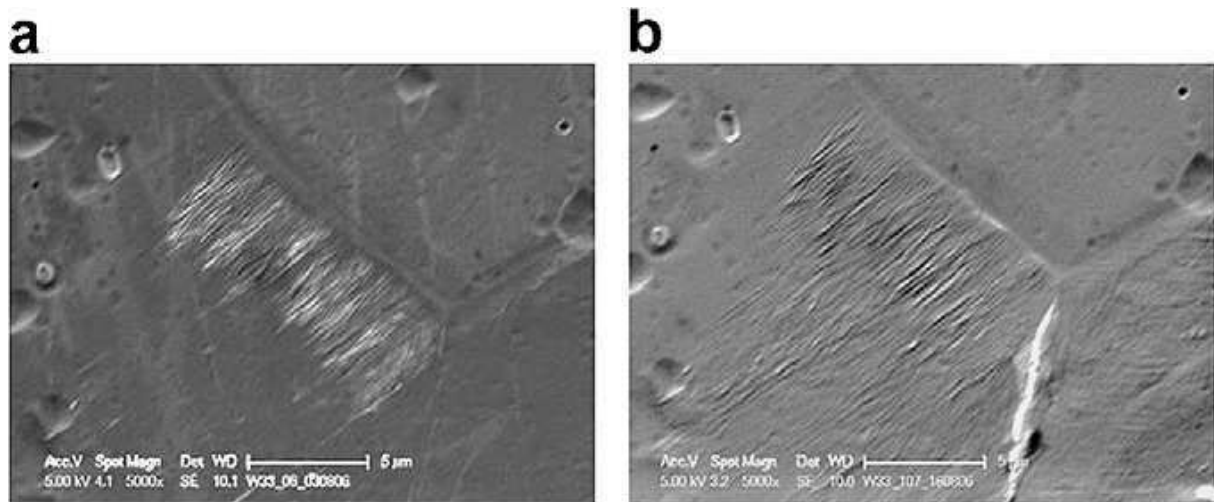


Figure VI.4.19 (a) Bandes de glissement observées sur la surface d'éprouvettes de cuivre sollicitée à une amplitude de contrainte de 62.6 MPa et jusqu'à 5×10^6 cycles (a) et 5×10^8 cycles par Stanzl-Tschegg et al (2007). Ces bandes sont similaires à nos bandes de type III

Dans le régime HCF, Basinski et al (1969) ont observé des bandes similaires aux bandes de type III dans des monocristaux de cuivre à des nombres de cycles très faibles (Figure VI.4.20). Les premiers cycles ne révèlent que des traces de glissement primaire. A partir du 25^{ième} cycle, des traces courtes et à peine visibles de glissement du système dévié et éventuellement d'autres systèmes apparaissent à l'extrémité des bandes du glissement primaire. Ces résultats sont tout à fait similaires à ceux que nous observons bien que dans des conditions de sollicitations différentes. Les auteurs mentionnent qu'il est difficile d'observer les nouveaux systèmes de glissement actifs car leurs traces sont masquées par les premières traces de glissement. Un polissage successif permet néanmoins d'apprécier l'activité des nouveaux systèmes. Contrairement au système primaire, le glissement des nouveaux systèmes est presque totalement réversible. Les auteurs concluent que la déformation est très homogène et se produit probablement aussi dans des zones plus larges que celles où apparaissent des traces, zones pour lesquelles le glissement est totalement réversible. Ce glissement serait dû à un mouvement de va-et-vient de dislocations individuelles. Ils distinguent clairement cette situation de celle où la déformation se produit de manière très localisée sous forme de bandes de glissement intense (bandes de type I et II) et nécessite un mouvement collectif de dislocations. Ces bandes sont aussi clairement différentes de celles que l'on observe dans les alliages métalliques à faible énergie de fautes d'empilement (EFE) tels que l'acier 316L [Man 02] ; [Polak 07] qui présentent pourtant un glissement planaire marqué. En effet, elles sont aussi très droites mais sont plus hautes et nettement plus espacées entre elles d'une distance de quelques microns. Des premières études que nous avons réalisées sur le laiton alpha dans le cadre du stage de master de Hanane Moumtaz [Moumtaz 12] confirment cette différence. La présence d'atomes en solution solide qui entravent la mobilité des dislocations peut en partie expliquer l'absence de bandes de type III dans ces alliages (voir le scénario proposé au paragraphe IV.4.5.3). Néanmoins, plusieurs travaux de synthèse dans le domaine LCF et HCF [Risbet 08 ; Zhang 11] concluent sur le fait que l'espacement et la hauteur des bandes de glissement diminuent lorsque l'énergie de faute d'empilement diminue. Ces bandes sont parfois appelées « Shear Bands (SB) ». On les trouve plus spécifiquement dans les alliages à durcissement par précipitation qui présentent un glissement fortement planaire. Les « shear bands » ont une hauteur de quelques dizaines de nm et sont espacées de 0.5-2 μ m. Elles semblent donc se situer entre les PSB et les bandes de type III observées dans ce travail au moment de leur apparition. Des études supplémentaires seraient nécessaires pour mieux approfondir la comparaison entre les bandes de type III et les « shear bands ».

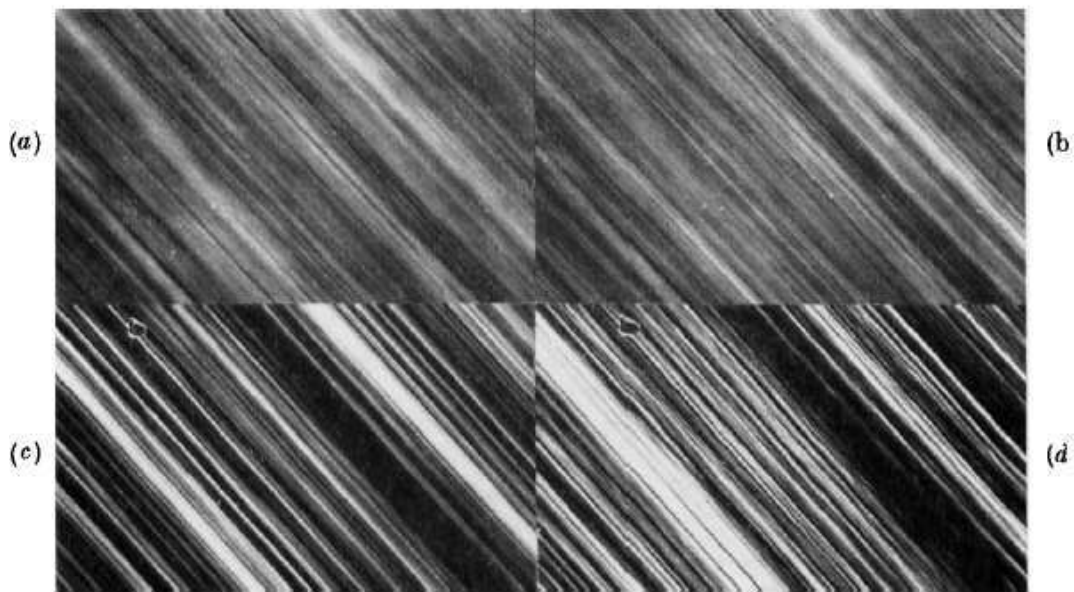


Figure VI.4.20 : Longues bandes droites parallèles et très faiblement espacées observées dans des zones d'une éprouvette de cuivre pur monocristallin sollicitée en fatigue dans le régime HCF (a) après un quart de cycle, (b) après $\frac{1}{2}$ cycle, (c) après 3 cycles, (d) après 134 cycles $\times 100$ [Basinski 69]

Dans le cas du cuivre pur, il est donc intéressant de noter que des bandes très similaires à celles que nous avons qualifié de type III ont été observées à très grand nombre de cycles (VHCF) mais aussi à très faible nombre de cycles (typiquement inférieure à 200) dans le régime HCF dans le cas d'amplitude de déformation imposée de l'ordre de 10^{-3} . Comme évoqué dans le cas des bandes de type II, ceci suggère que les essais de fatigue ultrasonique « ralentissent » les mécanismes de déformation ou « dilatent » l'échelle des nombres de cycles facilitant ainsi l'observation des premières traces de plasticité. Les traces de glissements primaire et dévié et l'évolution de la hauteur des bandes de glissement montrent que, bien que ralentie, par une très faible amplitude de déplacement imposée, la localisation de la déformation se met en place au cours du cyclage. L'analyse de nos résultats couplée aux résultats de la littérature et notamment des simulations de DDD nous permettent de proposer un scénario pour expliquer la formation des bandes de types I, II et III.

VI.4.5.3 Scénario proposé pour la formation des bandes de types III, II et I

La contrainte de Peierls dans le cas du cuivre pur est de l'ordre de 0.5 MPa [Hull 01] [Verdier 98]. Les dislocations sont donc très mobiles dès l'application d'une contrainte non nulle (cette mobilité est beaucoup plus faible en présence d'atomes en solution solide comme dans le cas du laiton alpha et de l'acier 316L). Des sources de dislocations uniformément réparties s'activent dès lors que les contraintes locales sont suffisantes. Dans un métal recuit, le pas d'un réseau de Franck-Read est de l'ordre du micromètre. Dans le cas du cuivre, l'amplitude du vecteur de Burgers b vaut 2.5×10^{-10} m et le module de cisaillement μ vaut 50 000 MPa. La cission critique pour activer une source de type Frank-Read vaut alors :

$$\tau_{FR} = \frac{0.5\mu b}{L/2} = 12.5 \text{ (MPa)} \quad (\text{VI} - 14)$$

Cette valeur est inférieure aux cissions nécessaires pour faire apparaître les bandes de types II et III. Ainsi, dans le cas du cuivre polycristallin, au début de la sollicitation en fatigue (très faible déformation plastique cumulée), les sources de dislocations présentent dans des zones de plus fortes contraintes et sur des systèmes bien orientés s'activent facilement donnant lieu à du glissement planaire. L'obstacle majeur au mouvement des dislocations est constitué des joints de grain et de macle. Les dislocations du système primaire viennent s'empiler aux joints de grain/macle générant ainsi une contrainte de rappel arrêtant l'activation des sources. Par ailleurs, la facilité du glissement rend possible l'activation d'autres systèmes.

Avant d'aller plus loin dans le scénario, rappelons quelques résultats de la littérature sur le glissement multiple lors de sollicitations où les contraintes macroscopiques restent dans le domaine élastique. L'activation du glissement multiple a été mise en évidence expérimentalement dans des études anciennes sur la microplasticité du cuivre [Vellaikal 69], [Basinski 69]. Elle a été confirmée par des simulations en Dynamique de Dislocations Discrètes (DDD) de la plasticité cyclique [Déprès 04]. En partant d'une distribution aléatoire dans un grain d'acier 316L (les lois de glissement sont identiques à celles du cuivre, seule la cission « critique » associée au glissement dévié est supérieure pour prendre en compte le fait que le glissement dévié dans l'acier 316L est plus difficile que dans le cuivre à cause de sa plus faible énergie de faute d'empilement), il montre que le système primaire, qui possède la cission résolue maximale dans le grain, produit la quasi-totalité de la déformation plastique

(système 08 des figures VI.4.21 (a) et (c)). Inversement, d'autres systèmes, qui s'activent également car ils possèdent une cission résolue assez importante, épuisent rapidement leur capacité à participer au glissement plastique (syst. 05/06), et ne jouent ensuite plus aucun rôle. Bien que sa cission résolue soit plus faible que celles des autres, le système dévié (syst. 07) du système primaire (syst. 08) s'active également. Sa densité de dislocations augmente avec celle du système primaire (Figure VI.4.21 (b)) mais il ne contribue pas directement à la déformation plastique imposée (Figure VI.4.21 (c)). Son rôle est simplement d'aider à la construction de microstructures de dislocations sur le système primaire (syst. 08). Le glissement dévié a ainsi un rôle majeur dans l'accumulation de dislocations, la formation de la microstructure de fatigue et la répartition du glissement dans le cristal [Basinski 69]; [Devincre & Kubin 1997]; [Déprès 04]. Ainsi, Déprès constate que l'amplitude de déformation et de la déformation accélère la localisation de la déformation.

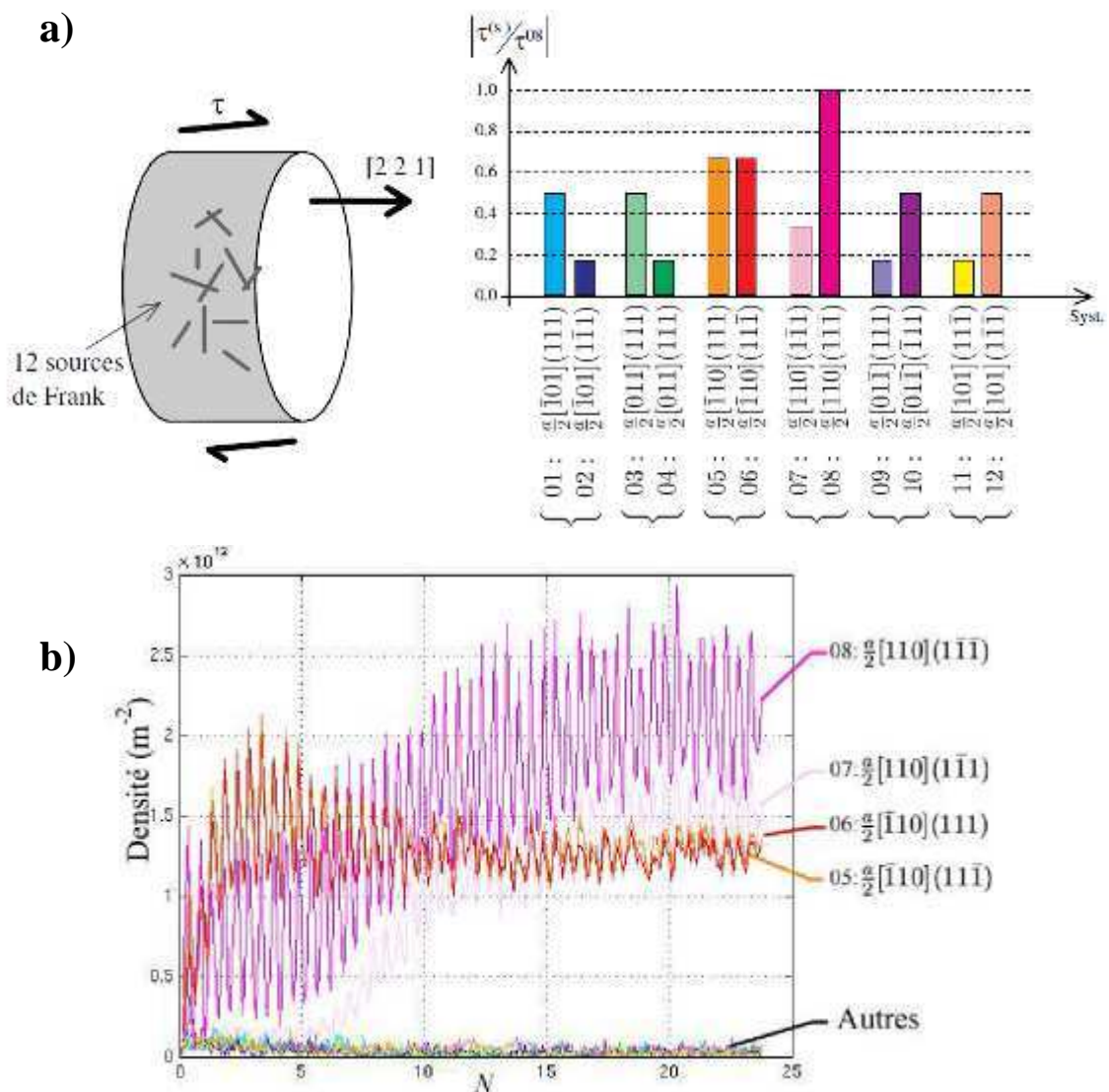
L'ensemble des informations précédentes aident à la compréhension de la formation des différents types de bandes en fonction de l'amplitude de contrainte.

Dans la gamme d'amplitudes de contrainte très faibles [de 34 à 45 MPa] où les bandes de type III prédominent, le glissement est essentiellement planaire. Des sources de Frank-Read aléatoirement réparties dans les zones affectées par les joints de grain/macle (où les contraintes locales sont plus fortes) s'activent quasi simultanément. Elles sont principalement associées à un système primaire pour lequel la cission résolue est maximale. Étant donné que les dislocations sont très mobiles, d'autres systèmes s'activent également mais de façon plus limitée. Les dislocations suivent un mouvement de va-et-vient dans le plan de glissement et le glissement est quasi-réversible [Basinski 69]. Le glissement de ces systèmes ne laisse pas de traces à la surface. En revanche, il engendre des interactions entre les dislocations telles que des jonctions et un écrouissage. À cause de cet écrouissage local, l'amas initial de bandes de type III s'étend progressivement des zones affectées par le joint de grain vers l'intérieur du grain au cours des cycles. La présence de traces de glissement dévié aux extrémités des bandes du système primaire dans les bandes de type III laisse penser que celui-ci, comme attendu, a un rôle clé sur l'apparition des traces de glissement du (des) système(s) primaire(s) et l'extension des zones couvertes de bandes.

Li et Laird [Li & Laird 94a et 94b] et Déprés et al [Déprés 04] ont proposé des mécanismes dont on peut s'inspirer pour expliquer ces deux phénomènes. Dans une zone de concentrations de contraintes, les dislocations vis des plans du système primaire, notamment celles qui s'empilent au joint de grain, peuvent dévier. Elles « sortent » de la zone fortement contrainte et reviennent glisser sur le système primaire mais sur d'autres plans situés plus à l'intérieur du grain. De nouvelles sources ancrées au niveau des intersections entre plan primaire et plan dévié s'activent et le glissement se propage ainsi à d'autres plans du système primaire. Par ailleurs, au cours de la décharge, la contrainte appliquée devient inférieure à la contrainte en tête d'empilement, qui, si elle est suffisamment forte, va activer des sources de dislocations de signes opposées aux premières. Ce mécanisme s'accroît lors de la compression. Ainsi, lors du cyclage et du mouvement de va-et-vient des dislocations, des dislocations de plans voisins et de signes opposés se rencontrent. Les parties vis s'annihilent par glissement dévié. Les dislocations coins forment des dipôles. Ces deux mécanismes contribuent à la non-réversibilité du glissement. On voit alors apparaître de bandes de droites, fines et faiblement espacées associées aux systèmes primaires. Si les dipôles sont stables, ils contribuent faiblement au mouvement de va-et-vient du plan de glissement (les dislocations coins piégées dans un dipôle passent d'une position d'équilibre à l'autre) mais contribuent à l'accumulation des dislocations. On peut commencer à observer une localisation de la déformation comme celle observée sur la figure de localisation de la déformation comme celle observée sur la figure VI.4.17. Celle-ci reste faible tant que les dipôles restent stables [Weidner 09]. Mais on peut donc imaginer que les bandes de type III deviennent progressivement au cours des cycles des bandes de type I ou II comme suggéré au paragraphe V.4.2.

Lorsque les amplitudes de contraintes/déformations sont plus élevées, la cission nécessaire pour activer le glissement dévié est atteinte beaucoup plus facilement et la localisation arrive rapidement en nombre de cycles. Ainsi, les conditions requises pour transformer les structures de dislocations en structures en échelle capables d'accommoder une large quantité de déformation sont atteintes. Grâce aux concentrations de contrainte aux joints de grains/macles et à la présence de plans de glissement sur ces sites, les bandes de type II se formeront plus facilement que les bandes de type I. Par conséquent, dans la gamme d'amplitude de contrainte intermédiaire, parmi les premières bandes observées, le taux de la fraction des bandes de type II sur celle de type I augmente avec une diminution de l'amplitude

de contrainte. On assiste alors à une très forte localisation de la déformation au sein de PSB aux joints de macles essentiellement, sites les plus favorables à l’amorçage de la plasticité. Les bandes formées sont de hauteur élevée et légèrement sinueuses, signe de glissement dévié important. La quantité de bandes de type II reste faible puisqu’elles sont essentiellement associées aux joints de macles bien orientées. Si on augmente encore les amplitudes de contraintes/déformations, les contraintes sont suffisantes pour activer du glissement à l’intérieur des grains diminuant ainsi le rôle des joints de grain et des sites privilégiés pour le glissement que sont les joints de macle. L’augmentation de l’amplitude de déformation facilite la localisation dans le grain et l’apparition de bandes de type I.



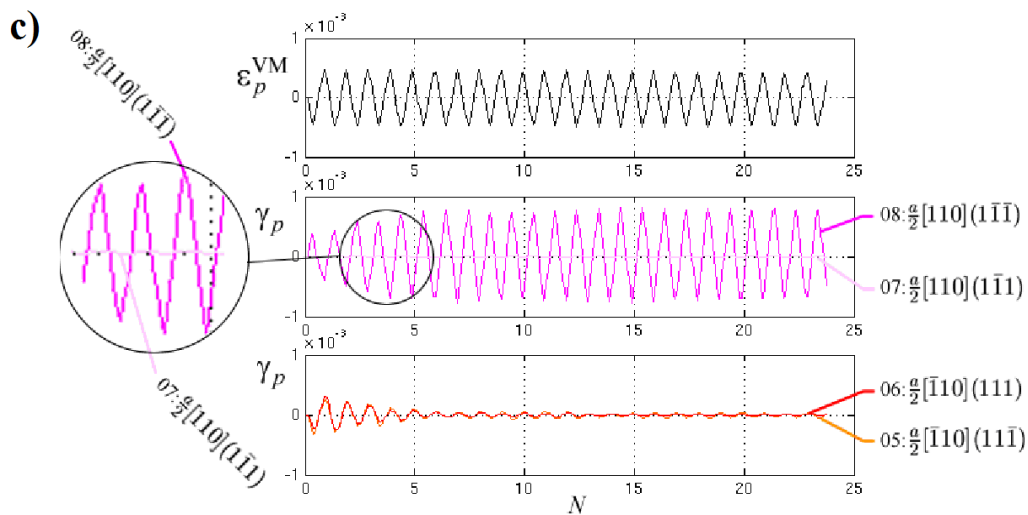


Figure VI.4.21 Analyse macroscopique des densités et du glissement plastique, en cisaillement pur avec 12 sources par simulation en DDD [Deprès 04]

VI.4.6 Conclusion

L'analyse de l'évolution de la surface des éprouvettes de cuivre couplée à des calculs éléments finis intégrant une représentation spatiale de la microstructure de surface et l'élasticité cristalline ainsi que les résultats d'autres travaux de la littérature nous ont permis de proposer un scénario expliquant l'apparition des bandes de types II et III.

L'étendue et l'uniformité des bandes de type III observée à leur apparition viennent de sources de dislocations uniformément réparties dans les zones affectées par les joints de grain et d'un glissement planaire associée à un ou deux systèmes pour lesquelles la cission résolue est maximale. D'autres systèmes s'activent également à cause de la forte mobilité des dislocations. L'activation de ces autres systèmes modifie les mouvements des dislocations du système primaire mais ne contribue pas à la déformation plastique du matériau. Les interactions entre les dislocations engendrent une certaine irréversibilité du glissement pour les systèmes primaires. Dans les zones les plus fortement contraintes, le glissement dévié se produit. Celui-ci favorise l'annihilation des dislocations vis et la formation de dipôles de dislocations coins. Il contribue ainsi fortement à l'irréversibilité de glissement. Au cours des cycles, celle-ci s'accumule par extension des zones couvertes de bandes mais aussi par un début de localisation. Cette localisation reste limitée car les contraintes ne sont probablement

pas assez fortes pour déstabiliser les dipôles de dislocations coins et engendrer un mouvement plus collectif des dislocations à l'échelle locale des bandes de glissement.

Pour des contraintes ou déformations imposées supérieures, les contraintes sont suffisantes pour activer de manière intense le glissement dévié et renforcer la localisation de la déformation. Ainsi des bandes de glissement intense de type PSB se forment aux joints de macles bien orientés qui sont les sites les plus favorables au glissement d'une part parce qu'ils sont le lieu de fortes concentrations de contrainte d'origine élastique cubique et d'autre part, car ils sont bien orientés pour le glissement plastique. Ces sites privilégiés existent toujours dans les domaines où prédominent les bandes de type III ou I. Comme déjà dit précédemment, dans le cas des bandes de type III, les contraintes sont faibles ce qui limite les phénomènes de la localisation. Dans le cas des bandes de type I, les contraintes sont suffisantes pour activer du glissement à l'intérieur des grains et accélérer les phénomènes de localisation. Le rôle des joints de macle comme sites privilégiés pour le glissement diminue alors au profit des sites à l'intérieur des grains.

Au cours des cycles, l'irréversibilité du glissement s'accumule en surface avec la formation de bandes plus intenses mais aussi de nouvelles bandes. Peut-on en déduire que la déformation plastique par cycle augmente au cours du cyclage quelque soit l'amplitude de contrainte ? Les observations de surface mettent en lumière des traces de plasticité très locales. Elles ne permettent pas d'avoir une vision macroscopique des évolutions internes du matériau. Le chapitre VII apporte un éclairage différent. A partir de mesures d'auto-échauffement, la dissipation intrinsèque générée lors des essais de fatigue est estimée en moyenne. Elle est la signature, à une échelle macroscopique, des évolutions internes du matériau. Nous étudions dans le chapitre suivant son évolution en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de contrainte.

Chapitre VII

EVOLUTION DE LA MICRO-PLASTICITE MESURE DE LA DISSIPATION INTRINSEQUE ET OBSERVATION DES BANDES DE GLISSEMENT

Même pour des amplitudes de contraintes plus faibles que la limite de fatigue conventionnelle, il existe toujours une irréversibilité à l'échelle microscopique caractérisée par l'apparition de bandes de glissement à la surface de l'éprouvette. Il est également constaté expérimentalement un échauffement que l'on peut relier à ces phénomènes de plasticité locaux ou encore appelé micro plasticité. La mesure de l'échauffement de l'éprouvette pendant des essais de fatigue est une information très intéressante pour suivre l'évolution de cette activité plastique lors d'un essai de fatigue et d'étudier par exemple l'effet de l'amplitude de contrainte.

Le but de cette partie est de caractériser l'échauffement du cuivre pur polycristallin soumis à une charge de fatigue à faible amplitude de contrainte, c'est-à-dire dans le domaine VHCF, d'en déduire la dissipation intrinsèque associée et de la relier à l'évolution des signes de plasticité observés sur la surface de l'éprouvette.

VII.1. Procédure expérimentale et calcul de la dissipation intrinsèque

VII.1.1 Procédure expérimentale

La microplasticité lors d'une sollicitation de fatigue est associée à une source de chaleur et donc en général à une augmentation de la température de l'éprouvette. Si l'on néglige les termes sources associés aux couplages, on peut directement relier l'échauffement de l'éprouvette à la dissipation intrinsèque. Dans cette étude, l'évolution du champ de température à la surface de l'éprouvette pendant les essais de fatigue est mesurée par une caméra infrarouge. Les sources de chaleur et donc la dissipation intrinsèque sont ensuite déduites par une inversion de l'équation de la chaleur. L'évaluation des sources de chaleur à partir de la mesure des champs de température à la surface de l'éprouvette est un problème difficile voire même parfois impossible à résoudre. Dans le cas d'une éprouvette plate avec une faible épaisseur petite comme dans le cas de nos éprouvettes de fatigue ultrasonique plates, nous pouvons supposer que le gradient de température dans l'épaisseur est faible et nous ramener à un problème plan solvable.

Des essais de fatigue à une fréquence de 20 kHz avec la machine de fatigue ultrasonique ont donc été réalisés sur les éprouvettes plates polies. Afin de pouvoir identifier les sources de chaleur, les essais ne sont pas refroidis. La totalité de l'éprouvette a subi un polissage mécanique suivi d'un polissage électrolytique. Une face de l'éprouvette a été recouverte d'une fine couche de peinture noire afin de faire la mesure des champs de température avec la caméra infrarouge. L'identification des sources est faite avec un modèle unidimensionnel 1D, où l'on détermine la distribution des sources de chaleur le long de l'axe de l'éprouvette. Ensuite, une dissipation moyenne en une zone située au centre de la partie utile de l'éprouvette est également calculée. Les essais de fatigue ont été régulièrement interrompus pour observer par microscopie optique et MEB l'évolution des bandes de glissements sur la face non peinte de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles. Les résultats d'essais permettent de comparer simultanément le niveau de la dissipation intrinsèque et les signes de plasticité à la surface de l'éprouvette. L'ensemble des travaux sur le calcul de la dissipation intrinsèque a été mené en collaboration avec le LMGC de Montpellier dans le cadre de la thèse d'Antoine Blanche et du projet ANR DISFAT.

VII.1.2 Modèle de diffusion de la chaleur

Un modèle de diffusion de la chaleur a été construit pour estimer la distribution de la dissipation intrinsèque et son évolution au cours de l'essai de fatigue. Ce modèle est basé sur l'équation de la chaleur intégrée sur l'épaisseur de l'éprouvette (direction z sur la figure VII.1.1) :

$$\rho C \frac{\partial \theta}{\partial t} - k \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} \right) + \rho C \frac{\theta}{\tau} = s \quad (\text{VII-1})$$

Où

ρ : Masse volumique (kg/m^3)

C : Capacité thermique ($\text{J/}^\circ\text{C}$)

k : Conductivité thermique ($\text{W m}^{-1} \text{ }^\circ\text{C}^{-1}$)

t : Temps (s)

$s(x,y,z,t)$: Source de chaleur

$\theta = T - T_0$ est l'élévation de température par rapport à la température initiale, T la température instantané et T_0 la température d'équilibre.

$\rho C \frac{\partial \theta}{\partial t}$ est le taux d'absorption (ou de désorption) de chaleur qui traduit l'évolution de la température due au taux de chaleur.

$k \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} \right)$ est la contribution associée à la conduction thermique,

$\rho C \frac{\theta}{\tau}$ est le terme traduisant les fuites par rayonnement et convection entre l'éprouvette et le milieu extérieur [Louche 99]. τ est une constance de temps qui dépend du matériau, de l'environnement et de la géométrie de l'éprouvette.

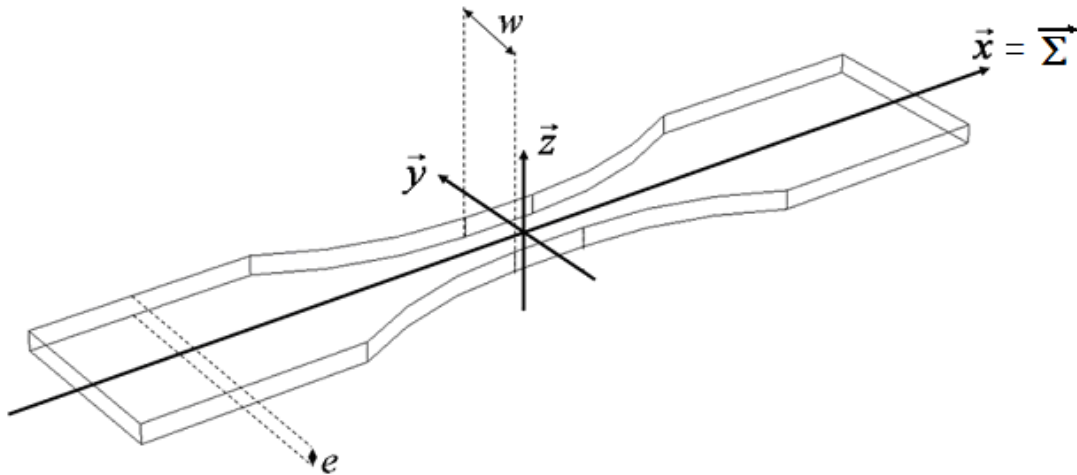


Figure VII.1.1 Repère dans l'éprouvette

Ce modèle est basé sur les hypothèses décrites dans [Boulangier 04] en supposant que les caractéristiques thermiques du matériau (ρ , C , k) est constantes et isotropes en fonction du temps et de la température.

La source de chaleur s se décompose :

$$s = d_1 + s_{the} \quad (\text{VII-2})$$

Où :

d_1 est le terme de dissipation intrinsèque.

s_{the} est le terme de couplage thermomécanique. Pendant les essais de fatigue ultrasonique, la fréquence de sollicitation (20 kHz) est bien supérieure à la fréquence d'acquisition de la caméra (de l'ordre de 50 Hz). La mesure de la température est une valeur moyennée sur plusieurs centaines de cycles. Les variations de température dues à l'effet thermoélastique ne sont donc pas observées. L'identification des sources de chaleur ne permettra que d'obtenir les sources associées à la dissipation intrinsèque.

L'équation de la chaleur (VII-1) devient :

$$\rho C \frac{\partial \theta}{\partial t} - k \left(\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 \theta}{\partial y^2} \right) + \rho C \frac{\theta}{\tau} = d_1 \quad (\text{VII-3})$$

A partir de la connaissance de l'élévation de température au cours des cycles, la dissipation sera déterminée.

VII.1.3 Calcul de la distribution des sources de chaleur le long de l'axe de l'éprouvette (modèle 1D)

Un modèle unidimensionnel (modèle 1D) a été développé afin de déterminer la distribution des sources de chaleur le long de l'axe de l'éprouvette (x). Dans le cas d'une éprouvette à section variable l'équation de la chaleur unidimensionnelle s'écrit :

$$\frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} + \frac{\theta(x,t)}{\tau^{1D}(x)} - \frac{k}{\rho C} \left(\frac{\partial^2 \theta(x,t)}{\partial x^2} + \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial x} \frac{S'(x)}{S(x)} \right) = \frac{d_1(x,t)}{\rho C} \quad (\text{VII-4})$$

où

$\tau^{1D}(x)$ est un temps caractéristique du modèle 1D qui caractérise la perte de chaleur à chaque position x . Si l'on considère e l'épaisseur et $l(x)$ la largeur de l'éprouvette, on a :

$$\tau^{1D}(x) = \frac{\rho C \cdot S(x)}{2h(e + l(x))} \quad (\text{VII-5})$$

Dans les équations ci-dessus, le paramètre inconnu est le coefficient de transfert thermique h . Celui-ci est déterminé à partir d'une mesure du champ de température lorsque le chargement de fatigue est arrêté et que l'éprouvette revient à l'équilibre thermique. Le champ de température au moment de l'arrêt du chargement est utilisé comme température initiale du problème inverse. Pendant la phase de refroidissement, les sources de chaleur sont nulles et les seules pertes prises en compte sont due aux échanges convectifs avec l'extérieur et la conduction avec la sonotrode au niveau d'une extrémité de l'éprouvette. Les mesures de température expérimentales θ^{exp} permet de définir des conditions limites de type Dirichlet aux extrémités. Le coefficient de transfert thermique h est choisi pour satisfaire au mieux les équations suivantes :

$$\left\{ \begin{array}{l} \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial t} + \frac{\theta(x,t)}{\tau^{1D}(x)} - \frac{k}{\rho C} \left(\frac{\partial^2 \theta(x,t)}{\partial x^2} + \frac{\partial \theta(x,t)}{\partial x} \frac{S'(x)}{S(x)} \right) = 0 \\ \theta(x, t = 0) = \theta^{\text{exp}}(x, t = 0) \\ \theta\left(\frac{-L}{2}, t\right) = \theta^{\text{exp}}\left(\frac{-L}{2}, t\right) \\ \theta\left(\frac{L}{2}, t\right) = \theta^{\text{exp}}\left(\frac{L}{2}, t\right) \end{array} \right. \quad (\text{VII-6})$$

Une fois que le coefficient de transfert thermique h a été identifié il est possible d'estimer les dissipations intrinsèques d_1 pendant l'essai de fatigue. La difficulté consiste à estimer les opérateurs aux dérivées partielles $\frac{\partial}{\partial t}$, $\frac{\partial}{\partial x}$ et $\frac{\partial^2}{\partial x^2}$ de la température mesurée dont le signal est bruité. Un lissage local spatio-temporel polynomial inspiré par [Boulanger 04] et identifié à l'aide de la méthode des "moindres carrés" a été utilisé :

$$\theta^{app}(x,t) = P_1 \cdot t \cdot x^2 + P_2 \cdot t \cdot x + P_3 t + P_4 x^2 + P_5 x + P_6 \quad (\text{VII-7})$$

Où P_i sont des constantes qui sont déterminées à chaque instant et en chaque point de l'espace. Cette approximation permet ensuite d'estimer les opérateurs différentiels de l'équation (VII-5) et de calculer la distribution de la dissipation intrinsèque le long de l'éprouvette à tout instant.

VII.1.4 Calcul de dissipation intrinsèque moyenne

La dissipation calculée par le modèle 1D varie le long de l'éprouvette à cause de la distribution de l'amplitude de contrainte. La valeur moyenne de cette dissipation 1D a été calculée autour du centre de l'éprouvette (Figure VII.1.2). Son évolution est analysée en fonction de l'amplitude de contrainte maximale et du nombre de cycles.

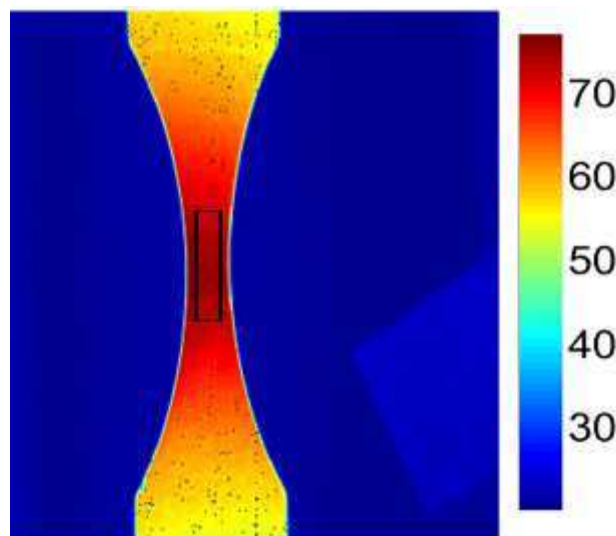


Figure VII.1.2 Zone de calcul

VII.2. Résultats

VII.2.1 Evolution de la dissipation intrinsèque et observation des traces de plasticité

Chaque éprouvette est sollicitée avec différentes amplitudes de contrainte comprises entre 44,1 MPa et 69,4 MPa constante. Les essais sont interrompus à 10^6 , 10^7 et 10^8 cycles afin d'observer les traces de plasticité sur la surface de l'éprouvette. L'évolution de la température moyenne de la zone de calcul au centre de l'éprouvette pendant le chargement de fatigue est représentée sur la figure VII.2.1.a pour chaque amplitude de contrainte. L'évolution de la dissipation intrinsèque moyenne est ensuite calculée et tracée sur la figure VII.2.1.b.

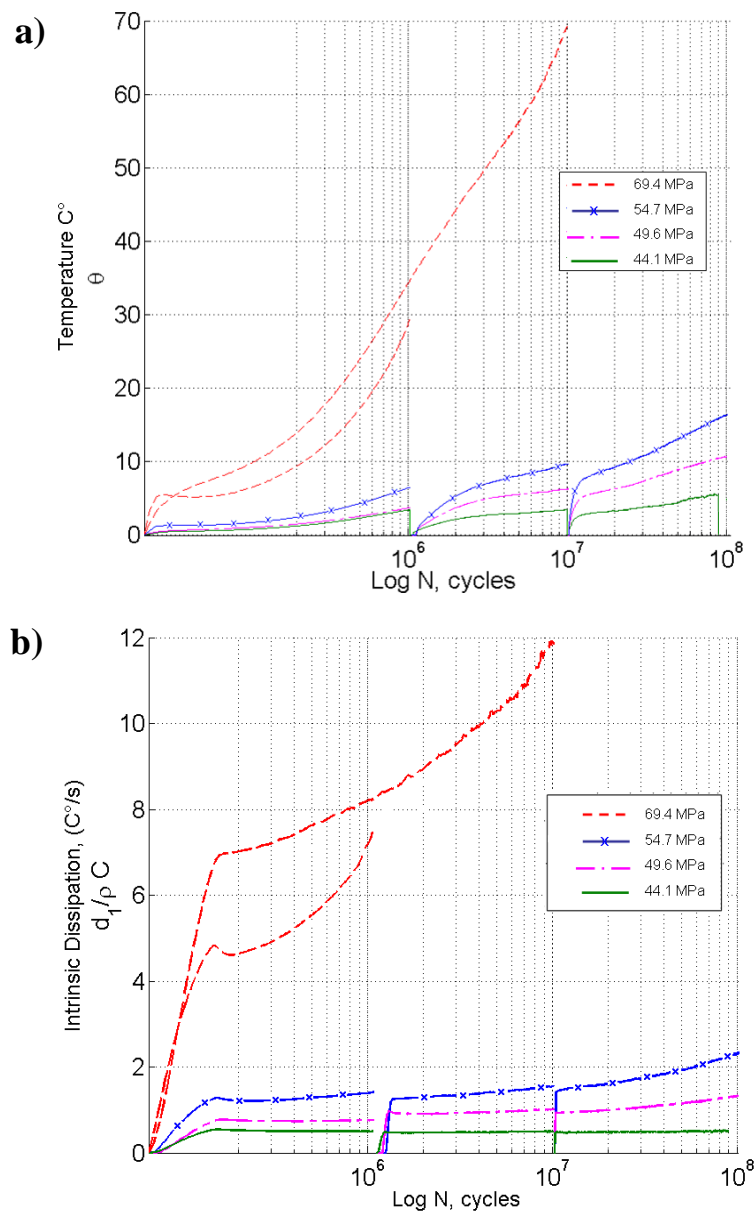


Figure VII.2.1 (a) Température au centre de la partie utile de l'éprouvette, (b) Dissipation intrinsèque moyenne pendant l'essai de fatigue à différentes amplitudes de

L'évolution de la température représentée sur la figure VII.2.1.a se divise de 2 phases. Dans la première phase, correspondant au régime transitoire thermique, la température augmente rapidement pour atteindre un régime quasi-permanent. Ensuite dans la deuxième phase, la température évolue beaucoup plus lentement. Concernant la dissipation intrinsèque moyenne représentée sur la figure VII.2.1.b on remarque également au début de chaque cycle de sollicitation une augmentation importante de celle-ci sur des temps beaucoup plus courts. Ce phénomène provient essentiellement de la méthode d'indentification. Après cette augmentation importante, la dissipation augmente légèrement avec le nombre de cycles. Cette augmentation est d'autant plus importante que l'amplitude de la contrainte est élevée. Le niveau de la dissipation augmente aussi avec l'amplitude de la contrainte. On peut remarquer la continuité de la dissipation intrinsèque lors des interruptions d'essai.

Pour une amplitude de contrainte de 44.1 MPa, aucune bande de glissement persistante n'est observée sur la surface de l'éprouvette lors des interruptions à 10^6 , 10^7 et de 10^8 cycles. Pendant cet essai, la dissipation intrinsèque moyenne reste sensiblement constante de l'ordre de 0.5 °C/s.

Pour une amplitude de contrainte supérieure de 49.6 MPa, la dissipation intrinsèque moyenne est de l'ordre de 1°C/s ce qui est deux fois plus élevé que dans le cas d'une amplitude de contrainte de 44.1 MPa pour un même nombre de cycles. De plus, on distingue clairement que la dissipation intrinsèque moyenne augmente en fonction du nombre de cycles. Aucune bande de glissement persistante n'est observée à 10^6 et à 10^7 cycles. Par contre à 10^8 cycles, il est possible de mettre en évidence des premières bandes de glissement de type III sur la surface de l'éprouvette (Figure VII.2.2.a). Cette apparition s'accompagne d'une augmentation plus importante de la dissipation intrinsèque entre 10^7 et 10^8 cycles.

Pour des amplitudes de contrainte encore plus élevées de 54.7 MPa, une dissipation intrinsèque moyenne encore plus forte que celle à 49.6 MPa a été enregistrée (environ 1.5°C/s à 2 °C/s). Elle augmente significativement avec le nombre de cycles. Les premières bandes de glissement persistantes de type II ont été observées dès 10^7 cycles. Leur évolution entre 10^7 et 10^8 cycles est présentée sur les figures VII.2.2.b et VII.2.2.c. On constate que les bandes existantes semblent devenir plus intenses et que d'autres bandes apparaissent. Une augmentation rapide de dissipation intrinsèque est également observée entre 10^7 et 10^8 cycles.

Pour une amplitude de contrainte de 69.4 MPa, la température et la dissipation intrinsèque augmentent très rapidement avec le nombre de cycles. Dès 10^6 cycles, on peut observer des bandes de glissement persistantes sur la surface de l'éprouvette (figure VII.2.2.d). Une autre éprouvette a été sollicitée à la même amplitude de contrainte jusqu'à 10^7 cycles. La température augmente également rapidement. A 10^7 cycles, la température au centre de l'éprouvette atteint 70°C . La surface au centre de l'éprouvette, qui correspond à l'amplitude de contrainte maximale, est entièrement recouverte par des bandes de glissement de type I (figure VII.2.2.e). Compte tenu des températures très élevées mesurées, cet essai peut être difficilement exploité mais il révèle tout de même une augmentation importante de la dissipation avec l'amplitude de la contrainte.

Pour une amplitude de contrainte de 54.7 MPa, la température dans l'éprouvette n'augmente pas beaucoup. Elle augmente de 16°C après 10^8 cycles. Nous supposons que l'effet de température est donc négligeable aux amplitudes de contrainte inférieures à 54.7 MPa.

L'ensemble de ces essais montrent clairement une corrélation entre l'apparition progressive des bandes type III puis de type II et enfin de type I lorsque l'amplitude de contrainte augmente et l'augmentation de la dissipation intrinsèque moyenne. Par ailleurs, la dissipation paraît plus sensible que l'observation directe de bandes de glissement pour caractériser la microplasticité dans l'éprouvette. En effet pour des amplitudes de contraintes et des nombres de cycle faibles, une dissipation est observée alors qu'aucune bande n'est décelée par microscopies optique et électronique à balayage.

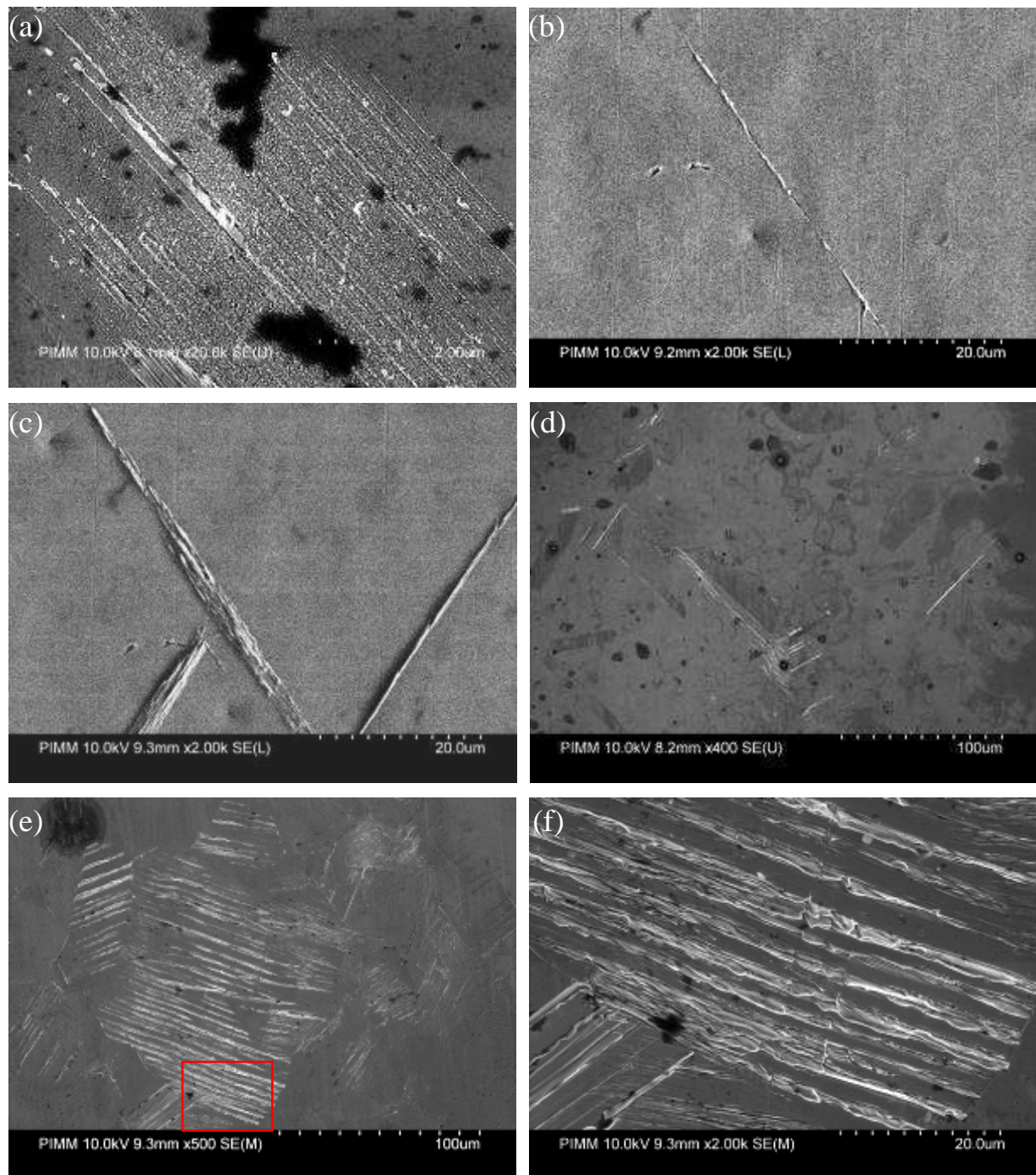
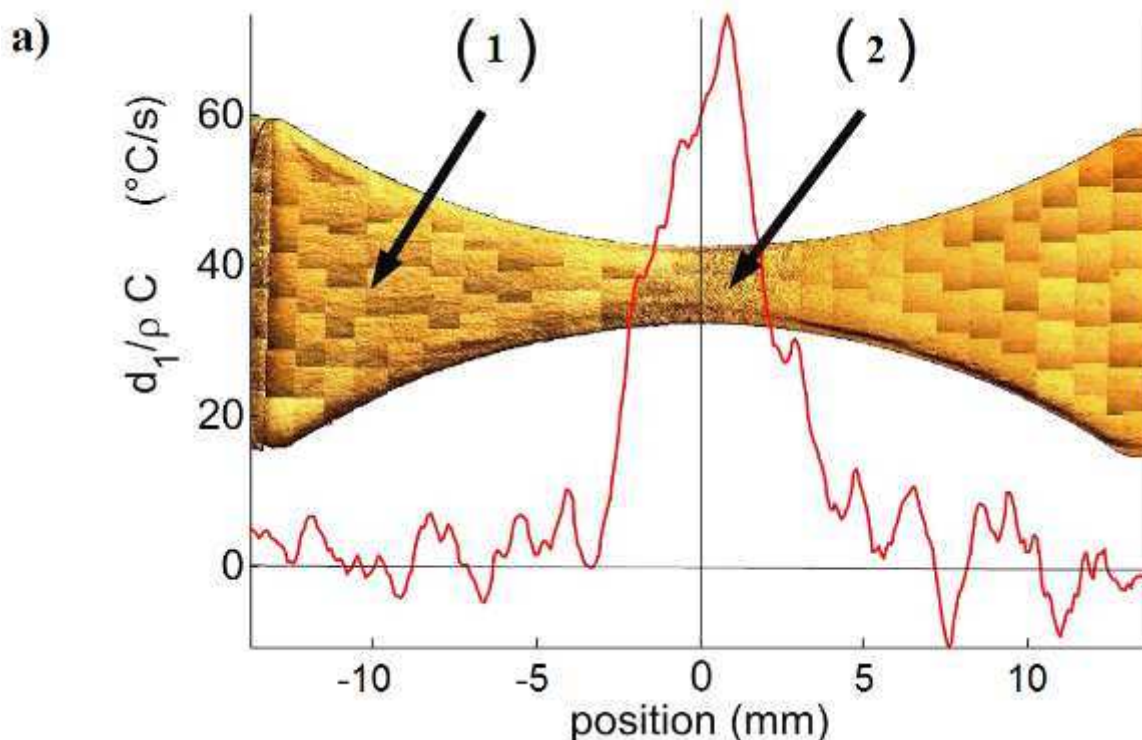


Figure VII.2.2. Image MEB de la surface de spécimen - (a) à $\Delta\sigma/2 = 49.6 \text{ MPa} - 10^8$ cycles;
(b) à $\Delta\sigma/2 = 54.7 \text{ MPa} - 10^7$ cycles et (c) la même position après 10^8 cycles;
(d) $\Delta\sigma/2 = 69.4 \text{ MPa} - 10^6$ cycles; (e) $\Delta\sigma/2 = 69.4 \text{ MPa} - 10^7$ cycles
(f) un zoom de (e)

Dans un second temps, la distribution de la dissipation le long de l'éprouvette est calculée à l'aide du modèle 1D. L'observation de la surface ainsi que la dissipation de l'éprouvette sollicitée à l'amplitude de contrainte de 69.4 MPa après 10^7 cycles sont présentées sur la figure VII.2.4.a. La dissipation intrinsèque le long de l'éprouvette est localisée au centre de l'éprouvette sur une largeur d'environ 4 mm. Cette distribution est en correspondance avec la zone d'observation des bandes de glissement. La figure VII.2.4.c présente une comparaison de la surface de l'éprouvette observée par microscopie optique située d'une part loin du centre de l'éprouvette, (zone notée (1) dans la figure VII.2.4.a) là où la dissipation est quasiment nulle et d'autre part au centre de l'éprouvette (notée (2) dans la figure VII.2.4.a) là où la dissipation est maximale. Dans la zone (1) aucune bande de glissement n'est observée alors que dans la zone (2) la surface de l'éprouvette met en évidence un grand nombre de bandes de glissement qui apparaissent en noir sur la photo.



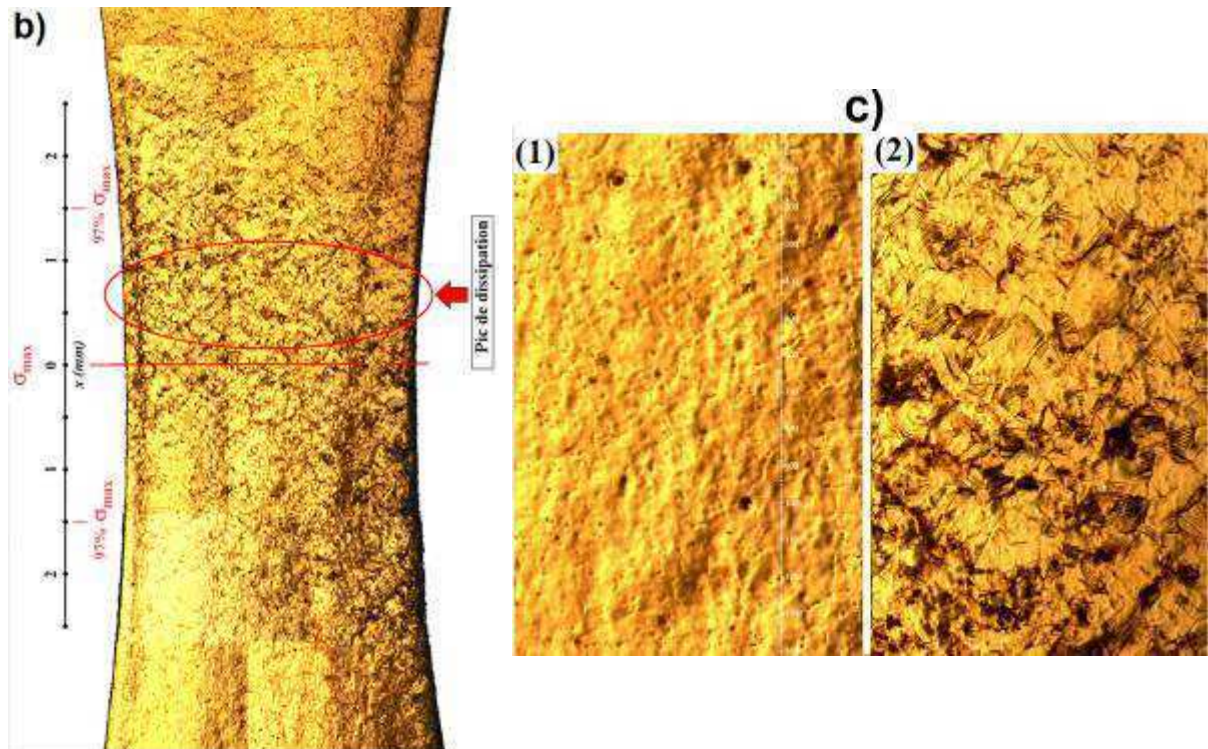


Figure VII.2.4 (a) Distribution de la dissipation intrinsèque le long de l'éprouvette
 (b) Zoom de la partie au centre de l'éprouvette (c) Surface de l'éprouvette à (1) et à (2)
 à $\Delta\sigma/2 = 69.4 \text{ MPa} - 10^7 \text{ cycles}$

VII.2.2 Evolution de la dissipation en fonction de l'amplitude de contrainte

Des blocs de 10^6 cycles ont été exécutés sur une même éprouvette par la technique de fatigue ultrasonique pour des amplitudes de contrainte croissantes. Les différentes contraintes appliquées sont présentées dans le tableau VII.1.

Tableau VII.1 : Procédure des essais exécutés

| Essai | N (cycles) | $\Delta\sigma/2$ (MPa) |
|-------|---------------|---------------------------|
| 1 | 10^6 | 18.6 |
| 2 | 10^6 | 28.2 |
| 3 | 10^6 | 38.3 |
| 4 | 10^6 | 42.3 |
| 5 | 10^6 | 47.5 |
| 6 | 10^6 | 52.4 |
| 7 | 10^6 | 56.0 |
| 8 | 10^6 | 66.5 |
| 9 | 10^6 | 74.5 |
| 10 | 10^6 | 83.8 |

Pour chaque essai, la dissipation intrinsèque moyenne et la variation relative de la dissipation par rapport à la contrainte au centre de l'éprouvette sont représentées en fonction de l'amplitude de la contrainte sur la figure VII.2.5.

En observant la dissipation moyenne pour de faibles amplitudes de contrainte (figure VII.2.5.a), nous constatons qu'aux amplitudes de contrainte inférieures à 30 MPa, la dissipation moyenne augmente très peu en fonction de l'amplitude de contrainte avec (0.00586 °C/s/MPa). Aux amplitudes de contrainte supérieures à 30 MPa, la dissipation moyenne augmente rapidement et soudainement. Par exemple à 40 MPa, l'accroissement de la dissipation moyenne est 6 fois plus fort qu'à 30 MPa. Il semble donc qu'il y ait une transition entre 30 MPa et 40 MPa correspondant au passage d'un régime où la dissipation moyenne varie peu avec l'amplitude de contrainte à un régime où, au contraire, la dissipation moyenne augmente fortement avec l'amplitude de contrainte. En parallèle, un « seuil de bande de glissement » ou « seuil d'irréversibilité » sur le cuivre pur polycristallin en fatigue ultrasonique à 19 kHz a été proposé à pour une amplitude de contrainte de 34 MPa par Stanzl-Tschegg et al [Stanzl-Tschegg 07] correspondant à l'observation d'une seule bande de glissement après 1.3×10^{10} cycles. Les discussions rapportées au chapitre VI (voir VI.2.3.2) montrent également un bon accord entre cette valeur et la cission résolue nécessaire pour former des bandes de type III.

Aux amplitudes de contrainte inférieures à cette valeur, une dissipation intrinsèque moyenne positive a été enregistrée. Néanmoins, le glissement dévié et l'accumulation de dislocations ne se produisent pas suffisamment. Les dislocations mobiles dans l'éprouvette glissent de manière quasi-réversible d'un point de vue géométrique. En conséquence, nous observons une dissipation non nulle mais des bandes de glissement ne sont pas formées sur la surface de l'éprouvette pour un nombre de cycles inférieur à 10^9 .

Pour des amplitudes de contraintes plus fortes, supérieures à 81 MPa, la dissipation moyenne devient supérieure à 10 °C/s et augmente fortement avec l'amplitude de la contrainte (Figure VII.2.5.b). Ce niveau d'amplitude de contrainte est plus faible que la « limite de fatigue à 5×10^9 cycles » de la courbe S-N du cuivre pur polycristallin en fatigue ultrasonique dont la valeur est proche de 90 MPa (chapitre IV). Il faut également noter que pour de telles amplitudes de contrainte, la température dans l'éprouvette est assez élevée ($\theta = 80^\circ\text{C}$ à $\Delta\sigma/2 = 87.8$ MPa et $\theta = 300^\circ\text{C}$ à $\Delta\sigma/2 = 97.5$ MPa).

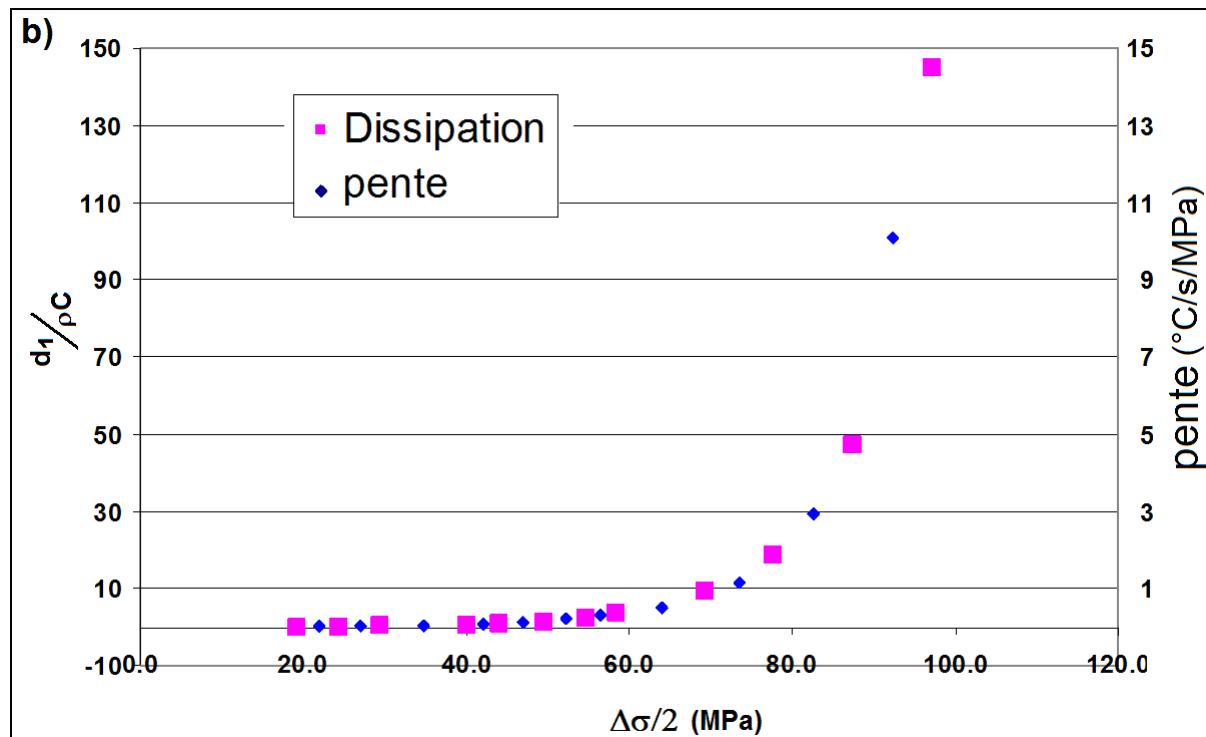
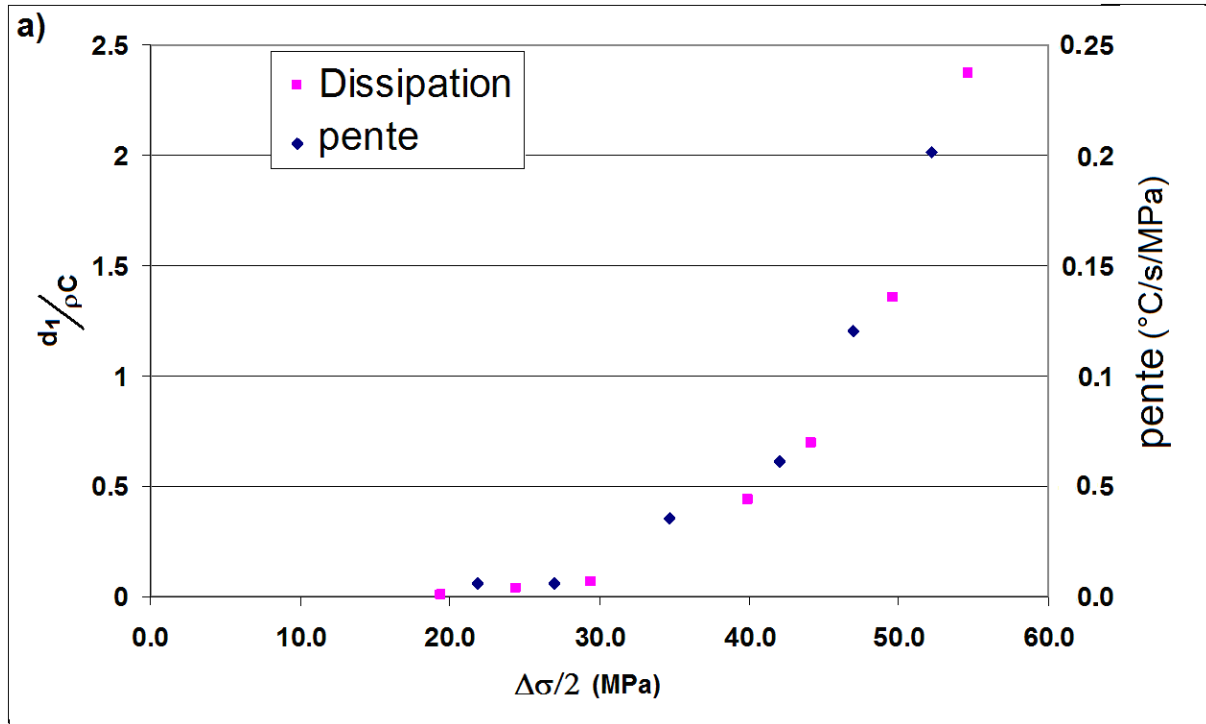


Figure VII.2.5 Dissipation moyenne en fonction de l'amplitude de contrainte

(a) Aux amplitudes de contrainte faibles

(b) A toutes les amplitudes de contraintes

(Rapport interne d'Antoine BLANCHE)

VII.2.3 Effet d'une précharge sur la dissipation intrinsèque

Dans cette partie nous allons étudier l'effet d'une pré-surcharge sur la dissipation intrinsèque. Deux éprouvettes ont donc été sollicitées avec la machine de fatigue ultrasonique. Les champs de température ont été mesurés et la distribution de la dissipation intrinsèque le long de l'éprouvette a été évaluée à l'aide du modèle 1D et au centre de l'éprouvette avec la dissipation moyenne.

L'éprouvette N°1 est pré-surchargée avec une amplitude de contrainte de 54.7 MPa pendant 10^7 cycles. Des blocs de 10^7 cycles avec des amplitudes de contrainte croissantes comprises entre 23 MPa et 54.7 MPa sont ensuite appliqués.

L'éprouvette N°2 est sollicitée à des amplitudes de contraintes croissantes de 15.2 MPa à 44.2 MPa pendant 2×10^7 cycles, puis à nouveau à des amplitudes de contrainte de 15.2 MPa et de 21.5 MPa.

La procédure de chargement dans chaque éprouvette est présentée sur le tableau VII.2.

Tableau VII.2 Procédure de chargement dans l'éprouvette N°1 et N°2

| Eprouvette N°1 | | Eprouvette N°2 | |
|----------------|------------------------|----------------|------------------------|
| Essai | $\Delta\sigma/2$ (MPa) | Essai | $\Delta\sigma/2$ (MPa) |
| 1 | 54.7 | 1 | 15.2 |
| 2 | 23.2 | 2 | 21.5 |
| 3 | 35.8 | 3 | 28.2 |
| 4 | 44.2 | 4 | 34.5 |
| 5 | 49.6 | 5 | 44.2 |
| 6 | 54.7 | 6 | 15.2 |
| | | 7 | 21.5 |

La dissipation intrinsèque le long de l'éprouvette N°1 est représentée pour chaque bloc de 10^7 cycles sur la figure VII.2.7. L'allure du profil de dissipation est le même quel que soit le niveau d'amplitude de contrainte appliquée. Seule la valeur maximale de la dissipation intrinsèque augmente quand l'amplitude de contrainte augmente. Comme dans les résultats présentés dans le paragraphe précédent, le maximum de dissipation est situé au centre là où la contrainte est maximale et la largeur de la zone de dissipation peut être estimée à environ 5 mm. Ce résultat est également en bon accord avec l'observation des bandes de glissement en surface en fonction de la distance avec le centre de l'éprouvette x présentées dans le chapitre IV.

La dissipation 1D de l'essai 1 où l'éprouvette est pré-surchargée à l'amplitude de contrainte de 54.7 MPa, est semblable à celle de l'essai 6 à la même amplitude de contrainte et sur la même éprouvette, malgré les sollicitations aux plus faibles amplitudes de contrainte entre les deux essais. Ce résultat prouve que les premières sollicitations à plus faibles amplitudes de contrainte n'ont pas d'effet sur la dissipation lors de l'essai à 54,7 MPa.

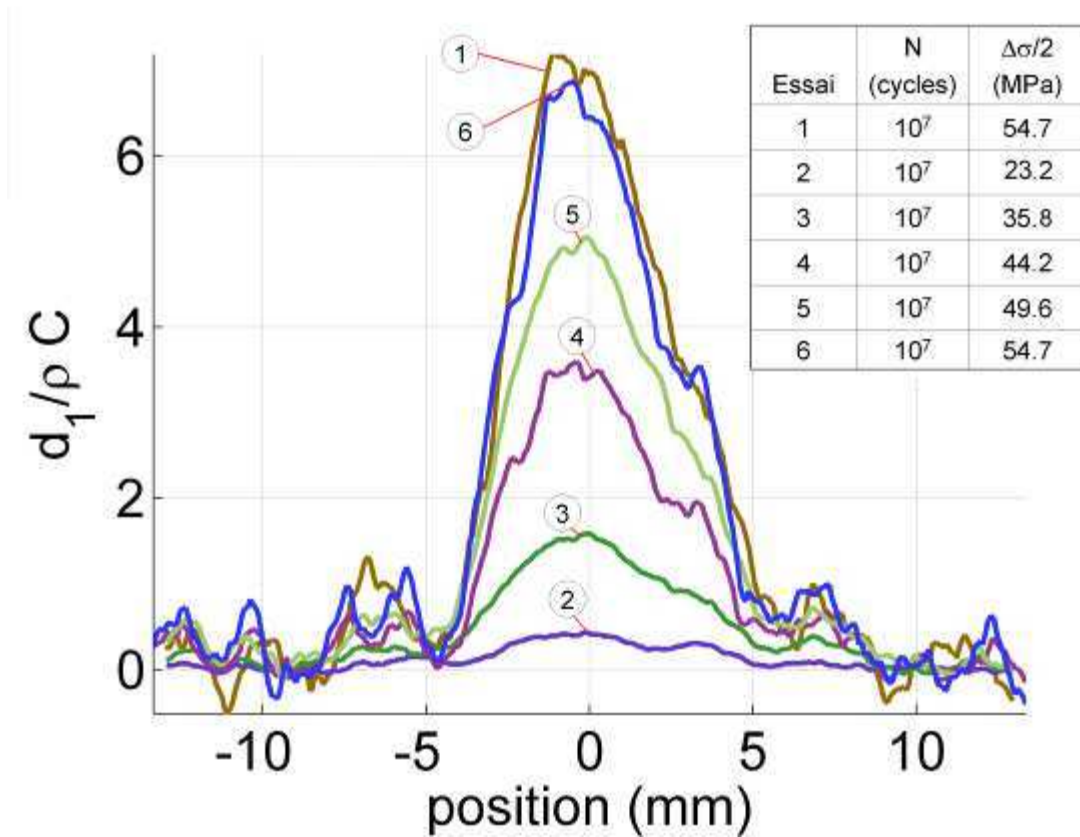


Figure VII.2.7 Distribution de la dissipation intrinsèque le long de l'éprouvette pour différentes amplitudes de contrainte (Rapport interne d'Antoine BLANCHE)

La figure VII.2.8 présente l'évolution de la dissipation moyenne en fonction du nombre de cycles dans les deux éprouvettes N°1 et N°2.

Tout d'abord, on peut remarquer que le niveau maximum de la dissipation calculé avec le modèle 1D est légèrement supérieur à celui de la dissipation moyenne du fait de l'hétérogénéité de la dissipation le long de l'éprouvette. Dans l'éprouvette N°1, après la surcharge à l'amplitude de contrainte de 54.7 MPa, la dissipation aux amplitudes de

contrainte de 44.2 MPa est plus élevée que celle obtenue à même amplitude de contrainte sans surcharge dans l'éprouvette N°2. Le même phénomène est également observé dans l'éprouvette N°2 au retour à des niveaux d'amplitudes de contrainte de 15.2 MPa et 21.5 MPa. Cet effet peut être expliqué par le fait que le chargement à une forte amplitude de contrainte a créé des dislocations dans l'éprouvette. Après cette surcharge, lors d'une sollicitation à une plus faible amplitude de contrainte, le nombre de dislocations mobiles est également plus grand et engendre une puissance dissipée plus grande.

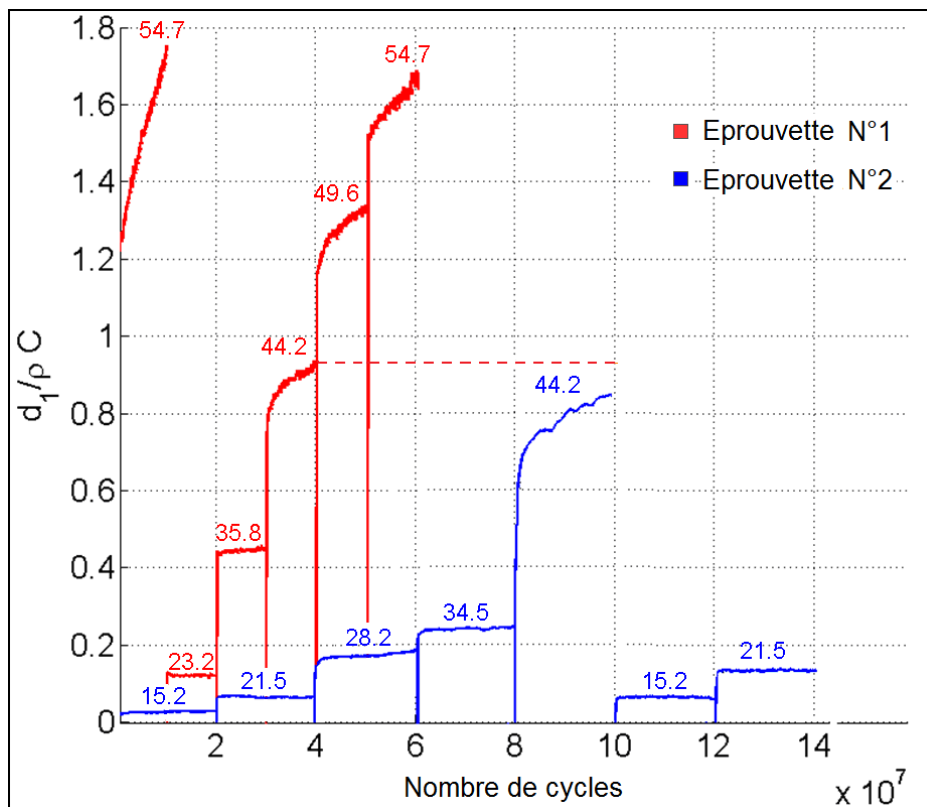


Figure VII.2.8 Evolution de la dissipation moyenne en fonction du nombre de cycles dans les deux éprouvettes N°1 et N°2 (Rapport interne d'Antoine BLANCHE)

VII.3. Conclusions

Dans ce chapitre, nous avons montré que l'évolution de la dissipation est en bon accord avec l'observation des bandes de glissement à la surface de l'éprouvette. La dissipation intrinsèque semble un bon indicateur de l'activité microplastique en fatigue. Les résultats sont également en bon accord avec l'existence d'une cission seuil à 30 MPa associé au glissement dévié mis en évidence par la simulation présentée dans le chapitre VI.

CONCLUSIONS ET PERSPECTIVES

Les bandes de glissement sont en grande partie responsables de l'amorçage en surface de fissures de fatigue dans les régimes LCF et HCF. La présence de celles-ci donne un risque de rupture même aux amplitudes de contrainte inférieures à la limite de fatigue conventionnelle déterminée à 10^7 cycles. Dans cette étude, nous avons étudié et caractérisé les premiers signes d'irréversibilité en fatigue sur du cuivre pur polycristallin pour des amplitudes de contrainte inférieures à la limite de fatigue conventionnelle et donc dans le cas de la fatigue à très grand nombre de cycles.

Dans un premier temps, les essais de fatigue ont été exécutés avec la technique de fatigue ultrasonique pour établir la courbe S-N du cuivre pur polycristallin en régime VHCF. La courbe S-N du cuivre pur polycristallin à l'état recuit et faiblement texturé montre 2 régimes : le premier régime pour des amplitudes de contrainte comprises entre 97 MPa et 115 MPa où la rupture se produit entre 3.6×10^6 et 5×10^7 cycles. Ce premier régime correspond au domaine HCF. Le deuxième régime pour des amplitudes de contrainte inférieures à 97 MPa où le nombre de cycles à rupture augmente fortement avec la diminution de l'amplitude de contrainte. Ce régime correspond au domaine VHCF. Une asymptote semble exister proche de 90 MPa. Dans cette étude, une éprouvette sollicitée à une amplitude de contrainte de 92 MPa ne présente pas de rupture à 5×10^9 cycles. Les observations sur les faciès de rupture confirment que la fissure dans le régime de VHCF est amorcée à la surface de l'éprouvette. Le site d'amorçage correspond en général à une fissure intergranulaire entre un grain fortement plastifié (présence de bandes de glissement qui partent du joint de grain) et un grain faiblement plastifié au joint (peu de traces de glissement visibles).

L'évolution des bandes de glissement en fonction du nombre de cycles et de l'amplitude de la contrainte a été étudiée. L'observation de la formation des premières bandes de glissement met en évidence 3 types de bandes de glissement différents qui dépendent essentiellement de l'amplitude de contrainte appliquée. La morphologie, l'emplacement ainsi que la quantité de chaque type de bandes de glissement peuvent être considérés des bons indicateurs de l'activité microplastique dans l'éprouvette.

L'évolution de la microplasticité en fonction du nombre de cycles et en fonction de l'amplitude de contrainte a également été observée par l'intermédiaire de la dissipation intrinsèque et combiné avec l'observation des traces de plasticité en surface de l'éprouvette. La formation et l'évolution des bandes de glissement sur la surface de l'éprouvette en fatigue dépendent non seulement de l'amplitude de contrainte mais aussi du nombre de cycles. Le nombre de cycles nécessaire pour former les premières bandes de glissement sera plus grand pour une amplitude de contrainte plus faible. L'évolution des bandes de glissement (leur longueur, leur largeur et leur hauteur) ainsi que la formation de nouvelles bandes s'amplifient avec l'amplitude de contrainte et avec le nombre de cycles. L'évolution de la dissipation est en bon accord avec la manifestation des traces de plasticité sur la surface de l'éprouvette. Ainsi, la dissipation intrinsèque est un indicateur très sensible de l'activité microplastique du matériau sollicité en fatigue.

Dans un second temps, des simulations éléments finis prenant en compte la microstructure des zones de la surface de l'éprouvette situées autour de bandes de glissement ont été effectuées. Ces simulations ont mis en évidence le rôle de l'anisotropie élastique cristalline sur l'hétérogénéité du champ de contrainte dans les grains et ont permis de quantifier les concentrations de contrainte au niveau de certains joints de grain. Cette hétérogénéité joue un rôle clé dans la formation des bandes de type II et III aux amplitudes de contraintes très faibles. Ensuite, l'analyse de l'évolution des traces de plasticité couplée à des calculs éléments finis ainsi que les résultats d'autres travaux de la littérature nous ont permis de proposer un scénario expliquant l'apparition des bandes de types II et III. Nous avons montré que les joints de macles sont les sites les plus favorables à l'amorçage de la plasticité. Nous avons également souligné le rôle clé du glissement dévié sur l'accumulation des dislocations et sur la formation des traces de plasticité. La cission limite du glissement dévié du cuivre a été associée au seuil de formation des bandes de glissement ou « seuil d'irréversibilité » et est d'environ 30 MPa. Une dissipation intrinsèque non nulle a été enregistrée aux amplitudes de contrainte inférieures à ce seuil. A ces niveaux de contraintes, la probabilité de glissement dévié est très faible. L'accumulation de dislocation ne se produit donc pas. Les dislocations mobiles dans l'éprouvette glissent de manière réversible au sens géométrique. En conséquence, nous observons une dissipation qui n'évolue pas en fonction du nombre de cycles. On parle alors de seuil d'irréversibilité mécanique au sens que la dislocation revient dans sa position initiale après un cycle de sollicitation. Par contre

thermodynamiquement la transformation est irréversible puisque l'on a une dissipation intrinsèque non nulle.

Nous avons suggéré dans cette thèse que des bandes de type III pouvaient devenir des bandes de type II puis des bandes de type I. Pour confirmer ce résultat, il serait intéressant d'effectuer des essais pour des nombres de cycles encore plus grands de l'ordre de 2×10^{10} . Cependant, avec une machine de fatigue ultrasonique, pour atteindre 2×10^{10} cycles, il faudrait environ 2 semaines d'essai. Afin d'observer la surface et les bandes de glissement dans de bonnes conditions, il sera nécessaire de réduire les risques d'oxydation. Pour compléter le scénario de formation des bandes de glissement de fatigue du cuivre pur, il serait également intéressant d'effectuer une étude approfondie de la structure de dislocations dans les différents types de bande de glissement afin d'identifier éventuellement les mécanismes de réarrangement des dislocations et de comparer les différences entre les différents types de bandes. Il faudrait également étudier l'évolution de la structure de dislocations aux amplitudes de contrainte inférieures au « seuil d'irréversibilité » associé au seuil du glissement dévié du matériau. La technique ECC (Electron Channeling Contrast) dont peut être équipée un MEB est une méthode non destructive qui permettrait d'observer l'évolution de la structure de dislocation en surface de l'éprouvette en fonction du nombre de cycles.

Le rôle du glissement dévié sur la formation des bandes de glissement peut-être également vérifié par une étude similaire menée sur le laiton alpha, qui possède la même structure c.f.c. monophasée mais dans lequel le glissement dévié a lieu plus difficilement du fait d'une énergie de faute d'empilement plus faible.

Dans cette thèse, les observations par microscopie ont été uniquement réalisées de manière qualitative contrairement aux mesures de dissipation. L'activité plastique dans l'éprouvette pourrait par exemple être représentée quantitativement par la fraction surfacique plastifiée et/ou la rugosité de la surface de l'éprouvette. Ces indices pourraient être plus facilement reliés à la dissipation intrinsèque afin d'évaluer quantitativement la microplasticité dans l'éprouvette au fur et à mesure du nombre de cycles.

ANNEXES

| G8/D | $\pi_{\text{réel}} = 48^\circ$ - Joint de Grain - Désorientation du joint = 59° | | | | | | | | | | | |
|-----------------|--|--------|--------|--------------|--------------|-------------------------------------|--------|--------|--------|--------------|-------------------------------------|-------------------------------------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R ₂₂ | -0.363 | -0.474 | -0.111 | -0.312 | -0.259 | 0.053 | 0.378 | -0.274 | 0.104 | 0.327 | -0.489 | -0.162 |
| π | 54.7° | 54.7° | 54.7° | 30.7° | 30.7° | 30.7° | 38.2° | 38.2° | 38.2° | 47.3° | 47.3° | 47.3° |
| $ \tau/\Sigma $ | 0.536 | 0.762 | 0.226 | 0.703 | 0.678 | 0.025 | 0.608 | 0.751 | 0.143 | 0.776 | 0.834 | 0.059 |
| β | 29.1° | 78.8° | 47.2° | 60.9° | 78.8° | 47.2° | 60.9° | 78.8° | 47.2° | 29.1° | 78.8° | 47.2° |
| Système activé | | | | | | | | | | | <input checked="" type="checkbox"/> | |
| G10/D | $\pi_{\text{réel}} = 52^\circ$ - Joint de Macle - Désorientation du joint = 60° | | | | | | | | | | | |
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R ₂₂ | 0.074 | 0.323 | 0.250 | -0.163 | 0.328 | 0.491 | -0.088 | 0.341 | 0.254 | 0.149 | 0.337 | 0.486 |
| π | 32.7° | 32.7° | 32.7° | 50.1° | 50.1° | 50.1° | 33.2° | 33.2° | 33.2° | 52.9° | 52.9° | 52.9° |
| $ \tau/\Sigma $ | -0.007 | 0.032 | 0.039 | -0.585 | 0.319 | 0.905 | -0.315 | 0.642 | 0.327 | 0.263 | 0.354 | 0.617 |
| β | 48.9° | 62.8° | 78.5° | 46.4° | 27.3° | 78.5° | 46.4° | 62.8° | 76.6° | 48.9° | 27.3° | 76.6° |
| Système activé | | | | | | <input checked="" type="checkbox"/> | | | | | | |
| G36/D | $\pi_{\text{réel}} = 50^\circ$ - Joint de Macle - Désorientation du joint = 60° | | | | | | | | | | | |
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| R ₂₂ | 0.089 | 0.209 | 0.120 | -0.277 | 0.184 | 0.462 | -0.050 | 0.145 | 0.095 | 0.316 | 0.170 | 0.486 |
| π | 13.5° | 13.5° | 13.5° | 66.1° | 66.1° | 66.1° | 55.0° | 55.0° | 55.0° | 50.5° | 50.5° | 50.5° |
| $ \tau/\Sigma $ | 0.325 | 0.358 | 0.033 | -0.445 | 0.045 | 0.490 | -0.391 | 0.111 | -0.281 | 0.379 | 0.424 | 0.803 |
| β | 30.4° | 80.5° | 45.7° | 81.4° | 32.0° | 45.7° | 81.4° | 80.5° | 89.1° | 30.4° | 32.0° | 89.1° |
| Système activé | | | | | | | | | | | | <input checked="" type="checkbox"/> |

Annexe 3

IDENTIFICATION DES MACLES

Une macle est une association orientée de deux ou plusieurs cristaux identiques reliés par une opération de groupe ponctuel de symétrie (Figure A3.1 (a)).

Dans le cuivre laminé à chaud, nous constatons une fraction de macles importantes de 30%. La macle et sa matrice possèdent un même système de glissement : un même plan de glissement et les mêmes 3 directions de glissement associées. Le plan de glissement commun est le plan du joint de macle entre les 2 grains (Figure A3.1 (c)). La désorientation entre la macle et sa matrice est de 60° . Deux grains quelconques de désorientation de 60° sont confondus facilement avec le couple macle-matrice. La distinction peut-être fait grâce à l'analyse les angles π et β dans les cristaux.

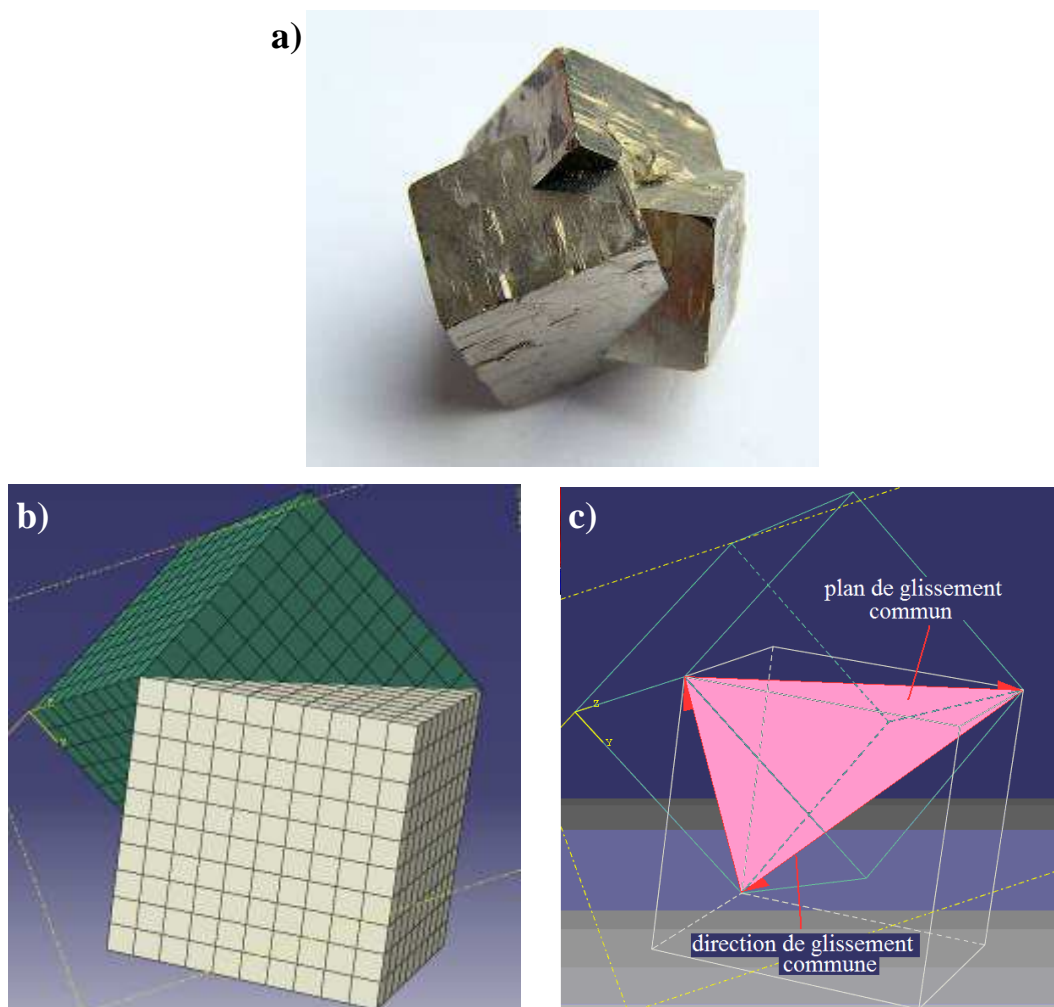


Figure A3.1 (a) Macle de 3 cristaux de pyrite (b) Illustration macle-matrice de cuivre (c) macle et sa matrice possède le même système de glissement

*** Cas de 2 grains quelconques dont la désorientation est proche de 60°**

Considérons par exemple les 2 grains A et B et les 2 grains C et D (Figure A3.2). La désorientation entre les 2 grains dans tous les 2 cas est de 59°.

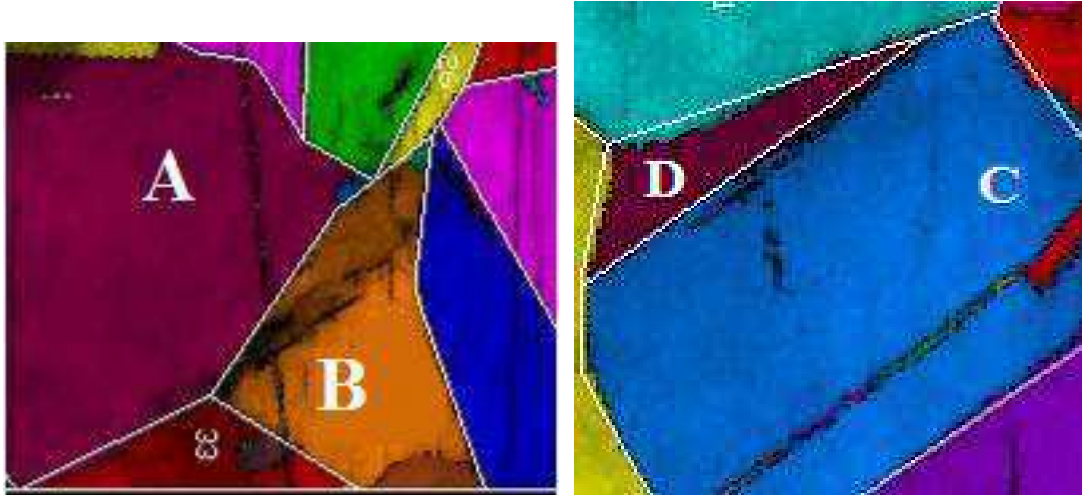


Figure A3.2 Deux grains quelconques dont la désorientation est proche de 60°

Grâce à la technique EBSD, l'orientation et les données cristallines des grains sont obtenues et présentées dans le tableau A3.1 et le tableau A3.2. On note que l'erreur sur le calcul de la désorientation, de π et β est de $\pm 5^\circ$.

Tableau A3.1 Caractéristiques cristallines des 2 grains A et B

| Grain A | π du joint = 33° | | | | | | | | | | | |
|-------------------------------|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| π | 82.0° | 82.0° | 82.0° | 32.9° | 32.9° | 32.9° | 37.3° | 37.3° | 37.3° | 81.9° | 81.9° | 81.9° |
| β | 84.6° | 69.9° | 64.0° | 9.9° | 56.8° | 64.0° | 9.9° | 69.9° | 50.1° | 84.6° | 56.8° | 50.1° |
| Désorientation = 58.8° | | | | | | | | | | | | |
| Grain B | π du joint = 33° | | | | | | | | | | | |
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| π | 3.41° | 3.41° | 3.41° | 58.6° | 58.6° | 58.6° | 6.8° | 6.8° | 6.8° | 51.7° | 51.7° | 51.7° |
| β | 70.5° | 86.7° | 67.0° | 53.8° | 11.0° | 67.0° | 53.8° | 86.7° | 49.6° | 70.5° | 11.0° | 49.6° |

L'angle π du joint de grain entre les 2 grains est de 33°. Si A et B sont macle-matrice, les 2 grains posséderont un plan de glissement de l'angle π de 33°. Mais le grain B n'a pas de plan de glissement de l'angle π proche de 33°. Ils ne sont donc pas macle et matrice.

Tableau A3.2 Caractéristiques cristallines des 2 grains C et D

| Grain C | π du joint = 48° | | | | | | | | | | | |
|---|-----------------------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|--------------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| π | 54.7° | 54.7° | 54.7° | 30.7° | 30.7° | 30.7° | 38.2° | 38.2° | 38.2° | 47.3° | 47.3° | 47.3° |
| β | 29.1° | 78.8° | 47.2° | 60.9° | 78.8° | 47.2° | 60.9° | 78.8° | 47.2° | 29.1° | 78.8° | 47.2° |
| Désorientation = 58.7° | | | | | | | | | | | | |
| Grain D | π du joint = 48° | | | | | | | | | | | |
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| π | 14.0° | 14.0° | 14.0° | 8.2° | 8.2° | 8.2° | 49.1° | 49.1° | 49.1° | 80.8° | 80.8° | 80.8° |
| β | 24.7° | 36.3° | 84.1° | 81.2° | 75.2° | 84.1° | 81.2° | 36.3° | 49.2° | 24.7° | 75.2° | 49.2° |

Pour les 2 grains C et D, l'angle π du joint de grain entre les 2 grains est de 48° . Si C et D sont macle-matrice, le plan de glissement commun est le « C » dans le grain C et le « D » dans le grain D respectivement. Mais ces 2 plans de glissement n'ont pas les même directions de glissement (les 3 angles β associés des 2 plans sont différents). Les 2 grains C et D ne sont donc pas macle et matrice.

* Cas de macle-matrice

Considérons les 2 grains M1 et M2 (Figure A3.3). La désorientation entre les 2 grains est de 59° . Les caractéristiques cristallines des grains sont obtenues et présentées dans le tableau A3.3



Figure A3.3 Deux grains macle-matrice

Tableau A3.3 Caractéristiques cristallines des 2 grains M1 et M2

| Grain M1 | π du joint = 33° | | | | | | | | | | | |
|-----------------------------|----------------------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|-------|
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| π | 31.8° | 31.8° | 31.8° | 47.6° | 47.6° | 47.6° | 41.7° | 41.7° | 41.7° | 64.4° | 64.4° | 64.4° |
| β | 42.9° | 83.4° | 32.1° | 50.1° | 78.2° | 32.1° | 50.1° | 83.4° | 58.2° | 42.9° | 78.2° | 58.2° |
| Désorientation = 60° | | | | | | | | | | | | |
| Grain M2 | π du joint = 33° | | | | | | | | | | | |
| | B5 | B4 | B2 | A6 | A3 | A2 | D6 | D4 | D1 | C5 | C3 | C1 |
| π | 83.4° | 83.4° | 83.4° | 21.9° | 21.9° | 21.9° | 73.0° | 73.0° | 73.0° | 34.2° | 34.2° | 34.2° |
| β | 31.6° | 88.9° | 33.7° | 85.4° | 41.2° | 33.7° | 85.4° | 88.9° | 84.3° | 31.6° | 41.2° | 84.3° |

L'angle π du joint de grain entre les 2 grains est de 33°. Le plan de glissement commun dans les 2 grains est le « D » dans le grain M2 et le « A » dans le grain M1 respectivement. Les 3 angles β de direction de glissement associés des 2 plans sont aussi très proches. Le grain M1 et M2 sont donc macle et matrice.

BIBLIOGRAPHIE

[Adda 79]

Adda, Y.; Dupouy, J.M.; Philibert, J. & Quere, Y. *Eléments de Métallurgie Physique* vol. 5. Déformation Plastique. **1979**. CEA ed.

[Awatani 69]

Awatani J. and K. Katagiri ; *Bull. Jap. Soc. Mech. Eng.*, 1969, vol. 12, pp

[Awatani 74]

Awatani J., Katagiri K., Omura A., and Shiraishi T. ; A Study of the Fatigue Limit of Copper ; March 25, 1974.

[Basinski 69]

Basinski S.J., Basinski Z.S. & Howie A., Early stages of fatigue in copper single crystals., *Phil. Mag. A*, Vol. 19, No. 161, 1969, pp. 899–924.

[Bathias 05]

Bathias Claude, Paris Paul C. *Gigacycle Fatigue in Mechanical Practice*, Copyright © 2005 by Marcel Dekker. Marcel Dekker, 270 Madison Avenue, New York, NY 10016, USA

[Becker 95]

Becker R., Panchanadeswaran S., [Effects of grain interactions on deformation and local texture in polycrystals](#), *Acta Metallurgica et Materialia*, 43 (1995) 2701-2719

[Blochwitz 96]

Blochwitz C, Brechbuhl J, Tirschler W. Analysis of activated slip systems in fatigued nickel polycrystals using the EBSD-technique in the scanning electron microscope *Mater Sci Eng A* 1996;210:42

[Bonneville 79]

Bonneville J., Escaig B., Cross-slipping process and the stress orientation dependence in pure copper, *Acta Metallurgica*, 27 (1979) 1477-1486

[Boulanger 04]

Boulanger T -. 2004, PhD report, Analyse par thermographie infrarouge des sources de chaleur induites par la fatigue des aciers,

[Brenner 09]

Brenner R., R.A. Lebensohn, O. Castelnau - Elastic anisotropy and yield surface estimates of polycrystals, *International Journal of Solids and Structures* 46 (2009) 3018–3026

[Bridier 06]

Bridier, F. Analyse expérimentale des modes de déformation et d'endommagement par fatigue à 20°C d'alliages de titane. Aspects cristallographiques à différentes échelles. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, ENSMA, 2006.

[Bunge 82]

Bunge, H.J. Texture analysis in materials science. 1982. London: Butterworths.(Reprint: Cuvillier Verlag Göttingen 1993).

[Christ 89]

Christ, H. -J., *Mater. Sci. Eng.*, 1989, **A117**, L25.

[Cottrell 57]

Cottrell A.H., Hull D., « Extrusion and intrusion by cycles slip of copper » Proc. Roy. Soc. A242, p 211-213, 1957.

[Coulon, 00]

COULON, Imagerie de surface de polymères : microscopie à force atomique, techniques de l'ingénieur, traité Plastiques et Composites, 2000

[Cretegnny 01]

Cretegnny L. and Saxena A., AFM characterization of the evolution of surface deformation during fatigue in polycrystalline copper, *Acta mater.* 49 (2001) 3755–3765, 2001

[Delannay 06]

Delannay L., Jacques P.J., Kalidindi, S.R., [Finite element modeling of crystal plasticity with grains shaped as truncated octahedrons](#), *International Journal of Plasticity*, 22 (2006) 1879–1898

[Déprés 04 a]

Déprés C., Robertson C.F., Fivel M.C. Low-strain fatigue in 316L steel surface grains: a three-dimensional discrete dislocation dynamics modelling of the early cycles I. Dislocation microstructures and mechanical behaviour *Philosophical Magazine*, Vol. 84, No. 22, 2257–2275 (2004)

[Déprés 04 a]

C. Déprés, C.F. Robertson, M.C. Fivel, Crack initiation in fatigue: experiments and three-dimensional dislocation simulations *Mater. Sci. Eng.* A387–A389 (2004) 288–291

[Déprés 04 a]

C. Déprés, C.F. Robertson, M.C. Fivel, Low-strain fatigue in 316 steel surface grains : a three dimension discrete dynamics modelling of the early cycles. Part 2: Persistent slip markings and micro-crack nucleation, *Phil. Mag.* 84 (2004) 2257–2275

[Devincre & Kubin 1997]

Devincre B. & Kubin L.P., Mesoscopic simulations of dislocations and plasticity., *Mat. Sci. Engng. A*, Vol. 234–236, 1997, pp. 8–14.

[EBSD]

<http://www.oxfordinstruments.com/wps/wcm/resources/file/ebccdd14ee13ed6f/EBSDEXplained.pdf>

[El Bartali 08]

El Bartali; Aubin V.; Sabatier L.; Villechaise P.; and Degallaix-Moreuil S. - Identification and analysis of slip systems activated during low-cycle fatigue in a duplex stainless steel, *Scripta Materialia* 59 (2008) 1231–1234.

[Esheslby 57]

Esheslby J., The determination of elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems, *Proceedings of the Royal Society of London*, A241 (1957) 376-396

[Essmann 81]

Essmann U, Gösele U, Mughrabi H. *Philos Mag* 1981;A44:405.

[Figuroa 83]

Figuroa, J. C & Laird, C – Crack initiation mechanisms in copper polycrystals cycled under strain amplitudes and in step tests. *Materials science and Engineering* 60, 45-58 - (1983)

[François 92]

François, D., Pineau, A. & Zaoui, A. *Comportement mécanique des matériaux. Tome 1 : élasticité et plasticité.* 1992, les éditions Hermès.

[France-optique]

www.france-optique.org/revue/articles%202002/Ph%207-%20microscopie.pdf

[Friedel 64]

Friedel J., *Dislocations* (1st ed.), Oxford: Pergamon, 1964.

[Gérard 09]

Gérard C., N'Guyen F., Osipov N., Cailletaud G., Bornert M., Caldemaison M., Comparison of experimental results and finite element simulation of strain localization scheme under cyclic loading *46* (2009) 755–760

[Gironès 04]

Gironès A., Villechaise P., Mateo A., Anglada M., Méndez J., [EBSD studies on the influence of texture on the surface damage mechanisms developed in cyclically loaded aged duplex stainless steels](#), *Materials Science and Engineering: A*, 387–389 (2004) 516-521]

[Goto 12]

Goto M., Kamil K., Han S.Z., Euh K., Kimc S.S., Yokoho Y. - Effects of grain refinement due to severe plastic deformation on the growth behavior of small cracks in copper, *Int J Fatigue* (2012), <http://dx.doi.org/10.1016/j.ijfatigue.2012.02.020>

[Gough 32]

Gough H.J. & Sopwith D.G. – Atmospheric action as a factor in fatigue on metals – *Journal of the institute of Metals* 49.93-122 (1932)

[Groeber 06]

Groeber M., Haley B., Uchic M., Dimiduk D., Ghosh, S., 3d reconstruction and characterization of polycrystalline microstructures using a fib-sem system. *Mater. Charact.* 57 (2006), 259–273

[Hashimoto 83]

Hashimoto, K., Margolin, H., 1983a. The role of elastic interaction stresses on the onset of slip in polycrystalline alpha brass – I. Experimental determination of operating slip systems and qualitative analysis. *Acta Metall.* 31, 773–785

[Héripéré 06]

Héripéré E., Méthode de couplage multi-échelles entre simulations numériques polycristallines et mesures de champs pour l'identification des paramètres de lois de comportement et de fissuration des matériaux métalliques – Application à l'étude des alliages TiAl, Thèse de doctorat de l'Ecole Polytechnique, 2006

[Hill 63]

Hill, R.: Elastic Properties of Reinforced Solids: Some Theoretical Principles. *J. Mech. Phys. Solids.* 11 (1963) 357-372

[Hoc 03]

Hoc T., Crépin J., Gélébart L., Zaoui A, A procedure [for identifying the plastic behavior of single crystals from the local response of polycrystals](#) *Acta Materialia*, 51 (2003) 5477-5488

[Hu 98]

Hu Y.M., Wang Z.G., Grain boundary effect on the fatigue deformation and cracking behavior of copper bicrystals, *Int. J. Fatigue*, 20 (1998), 463-469).

[Huang 00]

Huang H.L., N.J. Ho ,The study of fatigue in polycrystalline copper under various strain amplitude at stage I: crack initiation and propagation, *Materials Science and Engineering A293* (2000) 7–14

[Hull 01]

Hull, D. & Bacon, D.J. Introduction to dislocations. Butterworth-Heinemann Publisher 2001.

[Hunsche 86]

Hunsche A., Neumann P., Quantitative measurement of persistent slip band profiles and crack initiation Acta Metallurgica, Volume 34, Issue 2, February 1986, Pages 207-217

[Iino 04]

Iino K., Umesaki N., Advanced materials analysis using synchrotron radiation and its application in engineering science. J. Phys.: Condens. Matter 16 (2004) 3537–3548

[Iida 92]

Iida, S., Ohno, K., Kamimae, H., Kumagai, H. and Sawada, S., Tables of physical Constants, (1992), p.24)

[Kalidindi 92]

Kalidindi, S., Bronkhorst, C., and Anand, L.. Crystallographic texture evolution in bulk deformation processing of fcc metals. J. Mech. Phys. Solids, 3 (1992) 537–569

[Katagiri 77]

Katagiri, K., Omura, A., Koyanagi, K., Awatani, J., Shiraishi, T., & Kaneshiro, H. Early stage crack tip morphology in fatigued copper, 1977

[Kim 78]

Kim, W. H. and Laird, C., *Acta metall.*, 1978, **26**, 777, 789

[Klesnil M. 80]

Klesnil M. and Luka's P. (1980) *Fatigue of Metallic Materials*, Academia, Prague.

[Kröner 58]

Kröner, E.: Berechnung der Elastischen Konstanten des Vielkristalls aus den Konstanten des Einkristalls. Z. Phys. 151 (1958) 504-518

[Kuokkala 82]

Kuokkala VT, Lepistö TK, Kettunen P. Scripta Metall 1982;16:1149.

[Laufer 66]

Laufer E.E. and Roberts W.N.: Phil.Mag., 1966, vol. 14, pp. 67–78.

[Laird 76]

Laird C., Mater. Sci. Eng. 25 (1976) 187.

[Laird 86]

Laird C, Charsley P, Mughrabi H 1986 Low energy dislocation structures produced by cyclic deformation. *Mater. Sci. Eng.* **81**, 433±50

[Leguillon 99]

Leguillon D., Sanchez-Palancia E., On 3D cracks intersecting a free surface in laminated composites *International Journal of Fracture* 99: 25–40, (1999)

[Li & Laird 1994a]

Li Y. & Laird C., Cyclic response and dislocation structures of AISI 316L stainless steel. Part 1 : Single crystals fatigued at intermediate strain amplitude. *Mat. Sci. Engng. A*, Vol. 186, No. 1–2, 1994, pp. 65–86.

[Li & Laird 1994b]

Li Y. & Laird C., Cyclic response and dislocation structures of AISI 316L stainless steel. Part 2 : Polycrystals fatigued at intermediate strain amplitude., *Mat. Sci. Engng. A*, Vol. 186, No. 1–2, 1994, pp. 87–103.

[Li 01]

Li X. W., Zhang Z. F., Wang Z. G., Li S. X. and Umakoshi Y., SEM-ECC investigation of dislocation arrangements in cyclically deformed copper single crystals with different crystallographic orientations, *Diffusion and Defect Data, Pt A Defect and Diffusion Forum*, Vol. 188-190, pp. 153-170, 2001.

[Li 99a]

Li X. W., Wang Z. G. and Li S. X., Cyclic deformation behavior of double-slip-oriented *Reference* 140 copper single crystals I: coplanar double slip orientation on 011-111 side of the stereographic triangle, *Mater. Sci. Eng. A*, Vol. 260, pp. 132-138, 1999.

[Li 10]

Li P, Zhang ZF, Li SX, Wang ZG. *Acta Mater* 2010;58:3281.

[Li 11]

Li P., Li S.X., Wang Z.G., Zhang Z.F.; Fundamental factors on formation mechanism of dislocation arrangements in cyclically deformed fcc single crystals, *Progress in Materials Science* 56 (2011) 328–377

[Llanes 92].

Llanes L., Laird C., *Mater. Sci. Eng. A* 157 (1992) 21.

[Lim 87]

Lim L.C., *Acta Metall.* 35 (1987) 1653.

[Lin 98]

Lin, T. H., Wong, K. K. F., Teng, N. J. and Lin, S. R., *Mater. Sci. Eng. A: Struct. Mater.: Properties, Microstruct. Process.*, 1998, **A246**, 169.

[Liu 92]

Liu W., Bayerlein M., Mughrabi H., Day A., Quedstedt P.N., *Acta Metall.* 40 (1992) 1763.

[Louche 99]

Louche H. - Analyse par thermographie infrarouge des effets dissipatifs de la localisation dans les aciers. PhD thesis, Université Montpellier II, 1999

[Lukas 74]

Lukas P., Klesnil M. and Polak J. - High Cycles Fatigue life of metals - *Materials Science and Engineering*, 15 (1974) 239 – 245.

[Ma & Laid 89]

Ma, B. T. & Laid, C. Overview of fatigue behavior in copper single crystals – II Population, size, distribution and growth kinetics of stage I cracks for a test at constant strain amplitude. *Acta Metallurgica* 37, 337 – 48, 1989.

[Man 02]

Man J., Obrtlík K., Blochwitz C., Polák J., Atomic force microscopy of surface relief in individual grains of fatigued 316L austenitic stainless steel *Acta Materialia* 50 (2002) 3767–3780

[Man 12]

Man J., Vystavěl T., Weidner A., Kuběna I., Petre nec M., Kruml T., Polak J., Study of cyclic strain localization and fatigue crack initiation using FIB technique - *International Journal of Fatigue*, Volume 39, 2012, 44-53

[Martin 00]

Martin, J. Dislocations et plasticité des cristaux. **2000**. Les éditions de physique.

[Mineur 00]

Mineur M., Condition Locales d'amorçage des fissures de fatigue dans un acier inoxydable de type 316L : aspects cristallographiques (EBSD), PhD thesis, Université de Poitiers, 2000.

[Mika 98]

Mika, D.P., Dawson, P.R., 1998. Effects of grain interaction on deformation in polycrystals. *Mater. Sci.Eng. A* 257, 62–76.

[Miyamoto 72]

Miyamoto, H. (1972). Application of finite-element method to fracture mechanics. In *First International Conference on Structural Mechanics in Reactor Technology*, Berlin, 1972 pages 535–566.

[Moumtaz 12]

Moumtaz H., Comment se comporte le laiton en fatigue au-delà de la limite de fatigue conventionnelle, Rapport de stage du master MAGIS (2012)

[Mughrabi 78]

Mughrabi, H (1978) The cyclic hardening and saturation behaviour of copper single crystals – *Materials Science and Engineering* 33, 207-23

[Mughrabi 79]

Mughrabi H, Ackermann F, Herz K 1979 Persistent slip bands in fatigued face-centered and body-centered cubic metals. In: Fong J T (ed.) *Fatigue Mechanisms*. ASTM, Philadelphia, pp. 69 -105

[Mughrabi 80]

H. Mughrabi: Proc. 5th Int. Conf. on the Strength of Metals and Alloys, P. Haasen, V. Gerold, and G. Kostorz, eds., Pergamon Press, Oxford, United Kingdom, vol. 3, pp. 1615–39,1980.

[Mughrabi 81]

Mughrabi H, Wang ZR. In: Hansen N, Horsewell A, Leffers T, Liholt H, editors. Deformation of polycrystals: Mechanism and microstructures. Proceedings of second Riso Inter Sympos on Metall Mater Sci; 1981. p. 87.

[Mughrabi 83]

Mughrabi, H., Wang, R., Differt, K. and Essmann, U., in *Fatigue Mechanisms: Advances in Quantitative Measurements of Physical Damage*, ASTM STP 811, ed. J. Lankford, D. L. Davidson, W. L. Morris and R. P. Wei. American, Society for Testing and Materials, USA, 1983, p. 5.

[Mughrabi 84]

Mughrabi H. : *Dislocations and Properties of Real Materials (Conf. Proc.)*, The Institute of Metals, London, Book No. 323, pp. 244–60, 1984.

[Mughrabi 88]

Mughrabi H, Wang R. Cyclic stress–strain response and high-cycle fatigue behaviour of copper polycrystals. In: Lukaš P, Polač J, editors. *Basic mechanisms in fatigue of metals*. Academia and Amsterdam, Prague: Elsevier; 1988. p. 1–13.

[Mughrabi 99]

Mughrabi H - On the life-controlling microstructural fatigue mechanisms in ductile metals and alloys in the gigacycle regime – 1999 - Blackwell Science Ltd. *Fatigue Fract Engng Mater Struct* 22, 633–641

[Mughrabi 01]

Mughrabi H., “On multi-stage fatigue life diagrams and therelevant life-controlling mechanisms,” in: Proc. Int. Conf. on “Fatigue in the Very High Cycle Regime” 2 – 4 July, 2001, Vienna, Austria, Inst. of Meteorol. and Physics Austria (2001), pp. 35 – 49

[Mughrabi 02]

Mughrabi H, On multi-stage fatigue life diagrams and the relevant life controlling mechanisms in ultrahigh-cycle fatigue. *Fatigue Fract Engng Mater Struct* 2002;25:755–64.

[Mughrabi 06 a]

Mughrabi H. - Specific features and mechanisms of fatigue in the ultrahigh-cycle regime - *International Journal of Fatigue* 28 (2006) 1501–1508.

[Mughrabi 06 b]

Mughrabi H - Fatigue mechanisms in the ultrahigh cycle regime. In: Proceedings of the 9th international fatigue congress, Fatigue 2006, 14–19 May 2006, Atlanta, USA

[Murakami 98]

Murakami Y., Takada M., and Toriyama T., Super-long life tension-compression fatigue properties of quenched and tempered 0.46% carbon steel - *Int. J. Fatigue*, **16**, 661 – 667 (1998).

[Musienko 07]

Musienko A., Tatschl A.b, K. Schmidegg K.Kolednik O.Pippan R., Cailletaud G., Three-dimensional finite element simulation of a polycrystalline copper specimen, *Acta Materialia* 55 (2007) 4121–4136

[Neumann 83]

Neumann, P. - Fatigue – Physical Metallurgy (eds. R.W. Cahn & P. Haasen) pp 1554-93

[Neumann 88]

Neumann, P. & Tonnessen, A (1988) Crack initiation at grain boundaries in FCC materials – *Strength of Metals and Alloys* vol 1, pp 748-8 Oxford: Pergamon Press

[Nishijama 99]

Nishijama S. and Kanasawa K., Stepwise S – N curve and fish-eye failure in gigacycle regime, *Fatigue Fract. Eng. Mater. Struct.*, 22, 601 – 607 (1999).

[Pedersen 82]

Pedersen OB, Rasmussen KV, Winter AT. *Acta Metall* 1982; 30:57.

[Peralta 99]

Peralta P., Laird C. and Mitchell T.E., Fatigue Fracture at Copper Bicrystal Interfaces: Fractography. *Materials Science and Engineering*, A264, (1999), 215-231.

[Pineau 01]

Pineau A., Antolovich S., Fatigue intergranulaire, dans Joints de grain et plasticité cristalline, sous la direction de Louissette Priester, Collection Traité Mécanique et Ingénierie des Matériaux, Série Matériaux et Métallurgie, Hermès-Lavoisier, Chapitre 5, 2001, 225-288

[Pissinier 12]

Pissinier C., Detrez F., Favier V., Analyse de la rugosité de surface par microscopie à force atomique après fatigue à très grand nombre de cycles, Rapport de stage du master MAGIS (2012)

[Polak 70]

Polak J., Scr. Metall., 4 (1970) 761

[Polak 87a]

Polak J., Resistivity of Fatigued Copper Single Crystals, Materials Science and Engineering, 89 (1987) 35-43

[Polak 87b]

Polak J., On the Role of Point Defects in Fatigue Crack Initiation, Mater. Sci. Eng. 92 (1987) 71–80

[Polak 91]

Polak J. - Cyclic Plasticity and Low Cycle Fatigue Life of Metals, Academia, Prague (1991)

[Polak 94 a]

Polak J. and Vasek A. - Fatigue damage in polycrystalline copper below the fatigue limit, 1994, Butterworth-Heinemann publisher

[Polak 94 b]

Polák J., Solid State Phenom. 35–36 (1994) 405–410.

[Polák 03]

Polák, J.; Man, J. & Obrtlík, K. AFM evidence of surface relief formation and models of fatigue crack nucleation. International Journal of Fatigue, **2003**, 25, 1027-1036.

[Polak 07]

Polak J., [Mechanisms and kinetics of the early fatigue damage in crystalline materials](#) ; Materials Science and Engineering: A, Volumes 468–470, 15 November 2007, Pages 33-39

[Polak 09]

Polák J., Sauzay M, Growth of extrusions in localized cyclic plastic straining Materials Science and Engineering A 500 (2009) 122–129

[Pommier 02]

Pommier S., 'Arching' effect in elastic polycrystals: implications for the variability of fatigue lives, *Fatigue & Fracture of Engineering Materials & Structures* 25 (2002) 331–34

[Provan 91]

Provan J.W. and Zhai Z.H - Fatigue crack initiation and stage I propagation in polycrystalline materials I : Micromechanisms *Int J Fatigue* 13 No 2 (1991) pp 99 - 109

[Qidwai 07]

Qidwai S.M.A., Lewis A.C., Geltmacher A.B., Using image-based computational modeling to study microstructure–yield correlations in metals *Acta Materialia* 55 (2007) 4121–4136

[Rasmussen 80]

Rasmussen KV, Pedersen OB. *Acta Metall* 1980;28:1467.

[Risbet 08]

Risbet M., Feaugas X., Some comments about fatigue crack initiation in relation to cyclic slip irreversibility, *Engineering Fracture Mechanics* 75 (2008) 3511–3519

[Rittel 12]

Rittel, D., Kidane, A., Alkhader, M., Venkert, A., Landau, P. et Ravichandran, G. (2012). On the dynamically stored energy of cold work in pure single crystal and polycrystalline copper. *Acta Materialia*, 60(9):3719 – 3728.

[Sabatier 02]

Sabatier, L. Apport des techniques d'analyse locale EBSD et AFM à l'étude de l'émergence des bandes de glissement induites par fatigue dans l'acier inoxydable 316L. Influence de couches minces. Thèse de doctorat, Université de Poitiers, ENSMA, 2002.

[Saint-Pierre 08]

Saint-Pierre L., Héripéré E., Dexet M., Crépin J., Bertolino G., Bilger N., [3D simulations of microstructure and comparison with experimental microstructure coming from O.I.M analysis](#) *Int. J. Plast.* 24 (2008) 1516-1532

[Sauzay 08]

Sauzay Maxime; Man Jiri Editor(s): Sandera P - [Influence of crystalline elasticity on the stress distribution at the free surface of an austenitic stainless steel polycrystal. Comparison with experiments](#), Conference: 5th International Conference on Materials Structure and Micromechanics of Fracture Location Volume: 567-568 Pages: 149-152 Published: 2008

[Sauzay 07]

Sauzay M., Cubic elasticity and stress distribution at the free surface of polycrystals, *Acta Materialia*, 55 -2007) 1193-1202

[Sauzay 09]

Sauzay M, Micromécanique des polycristaux soumis à de faibles déformations, Manuscrit d'Habilitation à Diriger des Recherches, Université Pierre et Marie Curie (2009)

[Schmid 50]

Schmid, E. & Boas, W. Plasticity of crystals. **1950**. Hughes, London.

[Stanzl-Tschegg 07]

Stanzl-Tschegg S, Schönbauer B. PSB threshold and fatigue limit of polycrystalline copper in the VHCF-regime. In: Allison JE, Jones JW, Larsen JM, Ritchie RO, editors. Proceedings of fourth international conference on very high cycle fatigue (VHCF-4). USA: TMS; 2007. p. 15–22.

[Stanzl-Tschegg 10]

Stanzl-Tschegg Stefanie E., Schönbauer Bernd - Mechanisms of strain localization, crack initiation and fracture of polycrystalline copper in the VHCF regime - International Journal of Fatigue 32 (2010) 886–893

[Sumigawa 04]

SUMIGAWA Takashi & KITAMURA Takayuki (2004) Nucleation of slip bands near Twin boundary in high-cycle Fatigue. Japanese Original : Trans. Jpn. Soc. Mech. Eng., Vol 68 No.671 A - pp 1104-1111

[Suresh 91]

Suresh S. (1991) *Fatigue of Materials*, Cambridge University Press, Cambridge

[Thompson 56]

Thompson N., Wadsworth N. & Louat N., The origin of fatigue fracture in copper., Phil. Mag. A, Vol. 1, 1956, pp. 113–126.

[Vellaikal 69]

Vellaikal G., Some observations on microyielding in copper polycrystals, 1969

[Verdier 98]

Verdier M., Fivel M., Groma I, Mesoscopic scale simulation of dislocation dynamics in fcc metals: Principles and applications Modelling Simul. Mater. Sci. Eng. **6** (1998) 755–770].

[Wang 88]

Wang Z., Laird C., Mater. Sci. Eng. 100 (1988) 57.

[Watt 66]

Watt D.F.: Phil. Mag., 1966, vol. 14, pp. 87–92.

[Weidner 09]

Weidner Anja, Amberger Dorothea, Pyczak Florian, Schönbauer Bernd, Stanzl-Tschegg Stefanie, Mughrabi Hael, Fatigue damage in copper polycrystals subjected to ultrahigh-cycle fatigue below the PSB threshold - International Journal of Fatigue (2009)

[Winter 81]

Winter AT, Pedersen OB, Rasmussen KV (1981) Dislocation microstructures in fatigued copper polycrystals. Acta Metallurgica 29:735–748

[Wood 58]

Wood, W.A. Formation of fatigue cracks. Philosophical Magazine 3,692-9 (1958)

[Yakovenko 83]

Yakovenko L. F. and Grinberg N. M. – The fatigue life and plastic deformation character of copper at low temperatures – Int J Fatigue Vol 5 No 4 Octobre 1983

[Zeghadi 07]

Zeghadi, A., N’Guyen, F., Forest, S., Gourgues, A.F., Bouaziz, O., Ensemble averaging stress–strain fields in polycrystalline aggregates with a constrained surface microstructure – Part 1 anisotropic elastic behaviour. Philosophical Magazine 87 (2007) 1401–1424

[Zener 48]

Zener, C., 1948. Elasticity and Anelasticity of Metals. University Chicago Press.; Mc Clintock F.A., Argon A.S., Mechanical behaviour of materials, Addison-Wesley Publishing Company

[Zettl 00]

Zettl B.; Mayer H. ; Stanzl-Tschegg S.E., Degischer H.P. - Fatigue properties of aluminium foams at high numbers of cycles [Materials Science and Engineering: A Volume 292, Issue 1](#), 15 November 2000, Pages 1–7, 2000

[Zhang 08]

Zhang Z.F., Wang Z.G. Grain boundary effects on cyclic deformation and fatigue damage Materials Science 53 (2008) 1025–1099

[Zhang 11]

Zhang P., Qu S., Duan Q., Wu S., Li S., Wang Z., Zhang Z., Low cycle fatigue cracking mechanisms in fcc crystalline materials, Philosophical Magazine, 91, 2011, 229-249

[Zhao 08]

Zhao Z, Ramesh M, Raabe D, Cuitino A, Radovitzky R. [Investigation of three-dimensional aspects of grain-scale plastic surface deformation of an aluminum oligocrystal](#) Int J.Plast, 24 (2008) 2278-2297

Fatigue sous très faibles amplitudes de contrainte : Analyse des mécanismes précurseurs de l'amorçage de fissures dans le cuivre polycristallin

Résumé : Cette étude a pour objectif de mieux comprendre les mécanismes précurseurs de l'amorçage de fissures dans le cas de métaux ductiles monophasés, comme le cuivre pur, sollicités à des amplitudes de contrainte inférieures à la limite de fatigue conventionnelle et jusqu'à des nombres de cycles atteignant le domaine de la fatigue gigacyclique (Very High Cycle Fatigue, VHCF). Les essais ont été réalisés sur une machine de fatigue ultrasonique à une fréquence de sollicitation de 20 kHz. Les mécanismes précurseurs de l'amorçage des fissures se manifestent (1) sous forme de bandes de glissement qui apparaissent sur la surface de l'éprouvette et (2) par un auto-échauffement du matériau dû à la dissipation intrinsèque. Les cartographies de température de la surface des éprouvettes nous ont permis d'estimer des dissipations d'énergie moyennes et de caractériser leur évolution avec le nombre de cycles et l'amplitude de contraintes. En parallèle, l'évolution du relief de la surface, initialement lisse et sans contrainte résiduelle, a été analysée à partir d'observations en microscopie optique, électronique à balayage et à force atomique. Nous avons établi que l'amplitude de contrainte nécessaire pour faire apparaître les premières bandes décroît en fonction du nombre de cycles. Des analyses EBSD, couplées à des calculs éléments finis intégrant l'anisotropie élastique des grains, ont révélé le rôle clé (1) des joints de macles et (2) du glissement dévié dans l'amorçage de bandes de glissement intenses.

Mots clés : Fatigue gigacyclique, Bandes de glissement, Microplasticité cyclique, Dissipation, Anisotropie élastique, Simulation multicristalline, Thermographie infrarouge.

Fatigue at very low stress amplitudes: Early mechanisms leading to crack initiation in pure polycrystalline copper

Abstract : This work aims to better understanding mechanisms leading to crack initiation in ductile single phase metals such as pure copper, loaded stress amplitudes lower than the conventional fatigue threshold and after about 10^9 cycles, the so-called Very High Cycle Fatigue regime. Tests were conducted using an ultrasonic technique at loading frequency of 20 kHz. The mechanisms leading to crack initiation express (1) via slip bands at the specimen surface and (2) via self-heating due to intrinsic dissipation. Thermal maps were used to estimate the mean dissipation and its change with number of cycles and stress amplitudes. At the same time, the surface relief changes were characterized using optical, scanning electronic and atomic force microscopes. The stress amplitude required to observe the slip bands was found to decrease as a function of number of cycles. EBSD investigations combined with finites elements simulations accounting for elastic anisotropy of copper revealed the key role of (1) twin boundaries and (2) cross slip in slip band initiation.

Keywords : Very High Cycle Fatigue, Slip bands, Cyclic microplasticity, Dissipation, Elastic anisotropy, Multicrystals simulation, Infrared thermography.